窒素・りん自動計測器による
水質汚濁負荷量測定方法マニュアル
（改訂版）

平成１３年３月

（平成１９年８月改訂）

環境省水・大気環境局

はじめに

第５次水質総量規制において、従来のＣＯＤ（化学的酸素要求量）の他、窒素及びりんが規制対象項目に追加されたため、汚濁負荷量の測定に使用される全窒素及び全りん自動計測器に求められる性能基準や機器の維持のための管理基準、基準の確認試験の実施方法等をまとめた『窒素・りん水質汚濁負荷量測定方法マニュアル作成』（以下、マニュアルという）を平成１３年３月に策定した。

窒素・りんの総量規制基準については、平成１６年度から全面適用され、汚濁負荷量の測定も全面的に実施されているところであり、指定地域内事業場（総量規制基準適用事業場）における測定実態及び計測器の運用実態を把握した上で、マニュアルの検証を行うこととした。

環境省では、平成１７、１８年度の２カ年にわたり、自動計測器を設置している事業場を対象としたアンケート調査や現地での実測調査等を行い、管理基準等に関する課題の整理を行った。今回、これらの課題を踏まえ、自動計測器の測定精度の更なる向上を図るため、マニュアルの改訂を行った。

本マニュアルの改訂にあたっては、並木博横浜国立大学名誉教授を委員長とする「窒素・りんの自動計測器、簡易・半自動計測器の性能管理基準検討委員会」においてご審議いただいた。

言うまでもなく、汚濁負荷量の測定は、総量規制基準遵守状況を確認するために行われるものであり、本改訂マニュアルが、窒素及びりんの総量規制の円滑な推進の一助となれば幸いである。

平成１９年８月
環境省水・大気環境局

「窒素・りんの自動計測器、簡易・半自動計測器の性能管理基準検討委員会」

平成 17 年度委員　　順不同

	氏名	勤務先及び役職
委員長	並木　博	横浜国立大学名誉教授
委員	仁木　圭三	財団法人　日本環境整備教育センター主任研究員
委員	高橋　明宏	東京都下水道局北部第一管理事務所水質管理係次席
委員	井上　充	神奈川県環境科学センター環境技術部専門研究員

平成 18 年度委員　　順不同

	氏名	勤務先及び役職
委員長	並木　博	横浜国立大学名誉教授
委員	仁木　圭三	財団法人　日本環境整備教育センター主任研究員
委員	代田　吉岳	東京都下水道局中部管理事務所芝浦再生センター次席
委員	三縄　義和	横須賀市上下水道局施設部水再生課主査

「窒素・りんの自動計測器、簡易・半自動計測器の性能管理基準検討委員会」

事務局（(社) 日本環境技術協会）　　順不同

山内　進	(社) 日本環境技術協会	技術委員
北本　尚	〃	技術委員
安倍　英雄	〃	技術委員
石原　進介	〃	技術委員
大岸　史和	〃	技術委員
大西　広次	〃	技術委員
橋本　博之	〃	技術委員
谷本　正博	〃	技術委員
手塚　敬之	〃	技術委員
西村　歩	〃	技術委員
福嶋　良助	〃	技術委員
正木　千弘	〃	技術委員
小畑　成宏	〃	技術委員
近藤　誠	〃	専務理事
小島　勝	〃	常務委員

目次

１．総量規制制度における窒素及びりんの汚濁負荷量の測定方法

東京湾、伊勢湾、瀬戸内海の３海域を対象にこれまで４次にわたり実施されてきた化学的酸素要求量（ＣＯＤ）の総量規制に加え、第５次総量規制からは、窒素及びりんの総量規制が導入されることになり、その汚濁負荷量の測定方法が環境省より示されている。（表1-1 ）

汚濁負荷量の測定に当たっては、水質及び水量を測定する必要があるが、そのうち水質の計測については、日平均排水量 400m^3以上である指定地域内事業場では、①自動計測器による連続的な計測又は、①が技術的に困難な場合は、②コンポジットサンプラーにより試料を採取後、指定計測法で測定する、いずれかの方法によることとされている。

また､日平均排水量 400m^3未満である指定地域内事業場では､その排水量の区分に応じ､定められた期間内に測定（指定計測法および簡易計測器・半自動計測器による計測も可）することとされている。

本書は、この「窒素及びりんの汚濁負荷量の測定方法」について、適合できる計測技術のうち、自動計測器に関する事項をとりまとめたものである。

なお、指定計測法の詳細については、日本工業規格 JIS K 0102（工場排水試験法）を参照のこと。

表 1-1 特定排出水の窒素及びりんに関する汚濁負荷量の計測方法

<table>
<tr><th>排水量の区分
（m^3/日）</th><th>水質の計測方法</th><th>水量の計測方法</th><th>排水の期間
（測定の期間）</th></tr>
<tr><td>４００以上</td><td>別記１
（１）又は（２）</td><td>別記２
（１）又は（２）</td><td>毎日
（毎日測定）</td></tr>
<tr><td>２００～４００
以上　　未満</td><td rowspan="3">別記１
（１）～（４）の
いずれかの方法</td><td rowspan="3">別記２
（１）～（３）の
いずれかの方法</td><td>７日
（１回以上／７日）</td></tr>
<tr><td>１００～２００
以上　　未満</td><td>１４日
（１回以上／１４日）</td></tr>
<tr><td>５０～１００
以上　　未満</td><td>３０日
（１回以上／３０日）</td></tr>
</table>

別記１（水質の計測方法）

（１）自動計測器により計測する方法

（２）コンポジットサンプラーにより流量に比例して採水し、指定計測法[注1)]で計測する方法

（３）指定計測法により計測する方法（(２）の方法を除く)

（４）簡易計測器又は半自動計測器により計測する方法（(１）の方法を除く）

別記２（排水量の計測方法）

（１）流量計又は流速計により計測する方法

（２）積算体積計により計測する方法

（３）JIS K 0094 の８に定める方法　　　　　等

注１）指定計測法：窒素含有量及びりん含有量の排水基準に係る検定方法

窒素含有量	りん含有量
・総和法 （JIS K 0102 45.1） ・紫外吸光光度法 （JIS K 0102 45.2）	・ペルオキソ二硫酸カリウム分解法 （JIS K 0102 46.3.1） ・硝酸-過塩素酸分解法 （JIS K 0102 46.3.2） ・硝酸・硫酸分解法 （JIS K 0102 46.3.3）

1.1 総量規制制度における全窒素自動計測器及び全りん自動計測器

特定排出水の窒素及びりんに関する汚染状態の計測方法に用いられる自動計測器は、「窒素及びりん含有量に関する汚染状態を自動的に計測することができる機器であって、自動的に計測結果を記録することができる機能を有するもの又はその機能を有する機器と接続されているものにより、試料(自動的に採取されたものに限る。)の汚染状態を計測する」ことができるものである。

1.2 自動計測器の最大目盛値

自動計測器の最大目盛値の設定に当たっては、単純にＣ値[※]から決めず、年間の実際の濃度変動から最適な最大目盛値を決めることを基本とする。

その際、特定排出水の年間を通じた最大濃度を含み、かつ常用濃度において総量規制で必要とされる精度が満足されるように、最大目盛値を設定することが望ましい。

詳細については、それぞれの自動計測器の項で示す。

（※）Ｃ値：水質汚濁防止法施行規則第１条の６及び第１条の７に基づく値

1.3 自動計測器の計測原理と性能基準

総量規制制度における全窒素自動計測器及び全りん自動計測器には、計測原理（計測方法）に関する規定はない。 従って窒素又はりんを計測出来るものであれば、方法を問わず使用することが可能であるが、正確な計測値を得るために下記の性能基準を満足する必要がある。

性能基準は、①自動計測器の基本性能を確認するためのゼロ校正液と標準試料溶液

による計測値の評価、②その事業場の実試料への適合性を確認するための実試料の計測値の評価から成っている。自動計測器の導入に際しては、その事業場の排水に適した計測器を選ぶことが大切であり、導入時には性能基準の試験を実施し、適合性を確認しておかなければならない。

全窒素自動計測器及び全りん自動計測器の性能基準及びその試験方法の詳細はそれぞれの自動計測器の項で示す。

1.4 使用過程における管理基準

自動計測器は、継続的に基本性能と適合性を保持していることが要求される。このため管理基準の試験を実施し、管理基準を満足する必要がある。

全窒素自動計測器及び全りん自動計測器の管理基準及びその試験方法の詳細は、それぞれの自動計測器の項で示す。

1.5 自動計測器の計測値の取扱い

性能基準・管理基準を満足している全窒素自動計測器及び全りん自動計測器による計測濃度はそのまま汚濁負荷量を求める濃度として取り扱うことができる。

従来のＣＯＤ総量規制の場合は、各種の自動計測器（ＣＯＤ・ＴＯＣ・ＴＯＤ・ＵＶ等）によって計測し、それぞれの排水ごとにあらかじめ求めておいた換算式を使って濃度を算出することが求められていたが、窒素・りんの場合、この換算を行う必要はない。

1.6 薬品等の適正な管理

全窒素自動計測器及び全りん自動計測器で薬品等を使用する場合、その薬品の廃棄や計測器からの廃液の処理においては、それぞれの取扱説明書に記載されている内容を参照し、正しく行う必要がある。

試薬、廃液の取扱いについては、以下のことに注意する。

(1) 試薬には劇物が含まれるので、取扱いには充分に注意し、関連法規に従って適正に処理する。(関連法規：劇毒物管理法など)
試薬メーカーの MSDS シート、計測器メーカーの取扱説明書の指示に従う。
(2) 測定試薬は、乾燥した冷暗所に保存する。
(3) 試薬及び標準液の保存や有効期限は、取扱説明書の指示に従い適切に取扱う。
(4) 各試薬の調製濃度は自動計測器の種類で異なるので、各機種の取扱説明書の調製方法に従う。
(5) 試薬の交換に関しては、残液は廃棄し、全量交換する。
(6) 測定廃液は回収し適正な処置をする。
(7) 試薬は特級又は窒素・りん測定用の品質のものを使用する。
(8) 測定廃液には、酸、アルカリ及び重金属であるモリブデン及びアンチモンが微量含まれる。関連法規に従い、取扱いに注意して、各事業場の基準に基づいて処理を

行う。(関連法規：廃棄物処理法、水質汚濁防止法など)

(9) TNP 計の廃液は、自動計測器の種類にもよるが、産業廃棄物の「特別管理産業廃棄物」（廃酸）の扱いとなる場合が多い。

(10) 廃液の保管、移動、処理については、計測器メーカーの取扱説明書の指示に従い、関連法規制を遵守して適切に処理を行う。

表 1-2　窒素・りん測定用試薬の種類一覧表

試薬名称	TN計	TP計	用途	化学式	品質	毒物及び劇物取締法
ペルオキソ二硫酸カリウム	○	○	酸化剤	$K_2S_2O_8$	窒素･りん測定用	非該当
水酸化ナトリウム	○		pH調整剤	NaOH	窒素測定用	劇物
塩酸	○		pH調整剤	HCl	特級	劇物
硫酸		○	pH調整剤	H_2SO_4	特級	劇物
L(+) -アスコルビン酸		○	発色反応剤	$C_6H_8O_6$	特級	非該当
モリブデン酸アンモニウム		○	発色反応剤	$(NH_4)_6Mo_7O_{24}\cdot 4H_2O$	特級	非該当
酒石酸アンチモニルカリウム		○	発色反応剤	$C_8H_4K_2O_{12}Sb_2\cdot 3H_2O$	特級	劇物
硝酸カリウム	○		スパン校正液	KNO_3	特級	非該当
りん酸二水素カリウム		○	スパン校正液	KH_2PO_4	特級	非該当

２．試料採取装置

試料採取装置は、計測しようとする特定排出水の水質を代表する試料を、自動計測器に供給する重要な役割をもっている。このため試料を採取するのに適した場所を選定し、試料採取装置を設置する必要がある。

2.1 試料採取装置の構成例

自動計測器に接続される標準的な試料採取装置の構成例を、図 2-1 に示す。

なお、すでに既設の自動計測器（COD 自動計測器、有機汚濁モニタ UV 計等）のために試料採取装置が設置されており、採水量が十分である場合には、既設の自動計測器へ試料を供給する配水管を、新設の自動計測器へ分岐配管することにより対応できる。

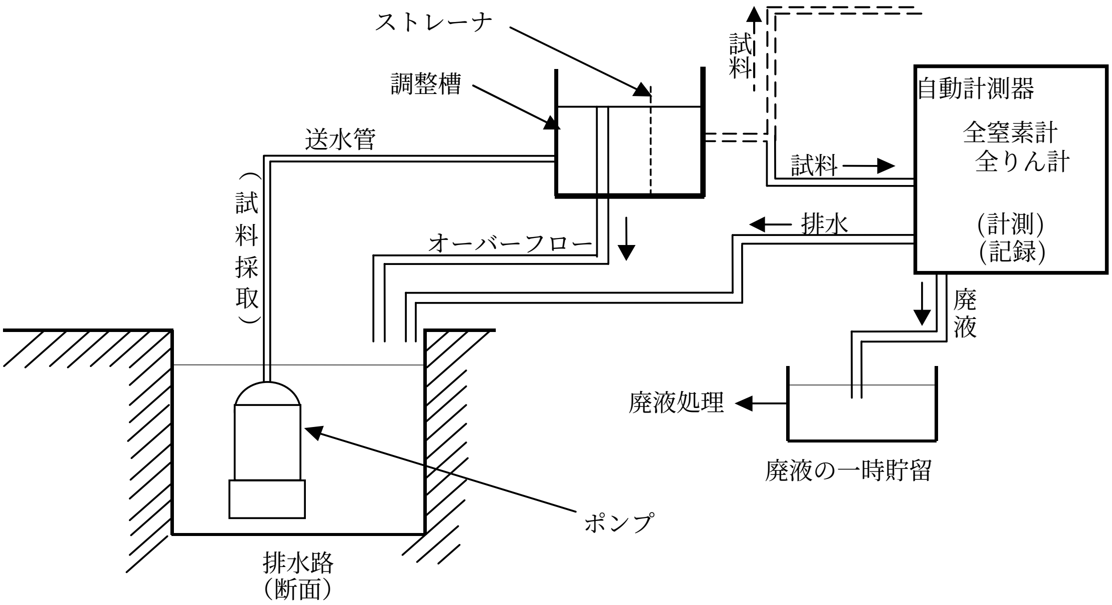


図 2-1　試料採取装置の構成（例）

(1) 採水ポンプ

①採水ポンプの種類の選定

ポンプの種類としては水中ポンプ、自吸式ポンプがある。水質の特性や試料の採取量、送水管内の流速、揚程等に応じて適切なものを選定することが必要である。

②採水ポンプ容量の選定

採水ポンプの容量は、実揚程、横引き長さ、揚水量等を勘案して選定する。

ポンプの全揚程 H（m）は次式で表される。

$$H = h_a + h_f$$

h_a：実揚程（垂直部分の高低差）(m)

h_f：全揚程損失(m)＝圧力揚程(m)＋速度揚程(m)＋管内損失揚程(m)

圧力揚程：吸水面と揚排水面とに働く圧力差

速度揚程：吸水管の直前の流速と送水管端の流速差

管内損失揚程：吸水、送水管の長さ、曲り、継手、バルブ等の摩擦損失水頭で、次式で表される。

管内損失揚程(m)＝直管損失揚程(m)＋曲管損失揚程(m)＋バルブ損失揚程(m)

③特定排出水に浮遊物が多い場合

特定排出水に浮遊物が多く、採水ポンプやストレーナを詰まらせるおそれのある場合には、排水路にふるい網を設ける等、必要な対策を講じる。

(2) 送水管

①送水管内の汚れに対する配慮

送水管内の汚れは水質を変化させ、自動計測器の計測精度を低下させる要因となるので、送水管内は必ず洗浄を行わなければならない。このため洗浄が容易に行えるように送水管の途中に着脱可能な継手を設けておくとよい。また送水管は高低や屈曲をなるべく少なくし、配管の長さもできるだけ短くなるように配慮する。

なお、透明な材質の送水管は内部の視認が容易となる利点もあるが、一方では太陽光の影響により内部に藻類が発生しやすい欠点もある。

②管内流速の配慮

ポンプから調整槽までの送水管内にはスライムや微生物が付着しやすいので、管内流速は自己洗浄効果のある流速（80㎝／秒以上）となるように、送水量、送水管の口径、ポンプの容量を選定するとよい。

(3) 調整槽

調整槽は、自動計測器に試料を一定水圧で安定的に供給すること及び気泡や大きな浮遊物質、沈降性物質を除去するために使用される。

ポンプで採取された試料は、調整槽に汲み上げられてから、その一部が調整槽のストレーナを介して自動計測器に供給される。

①調整槽の容量

調整槽の容量が小さすぎると、自動計測器への試料供給量が不足し、計測に支障をきたすことがある。また容量が大きすぎると、調整槽に汲み上げられた試料の入れ換わりに時間がかかり、水質の変化に対しての応答に遅れが生じる原因となる。よって、これらの弊害が起こらないように調整槽の容量を決める必要がある。

②調整槽内の汚れ

調整槽内の汚れも送水管内の汚れと同様に水質を変化させる要因となる。このため調整槽の内部は、定期的に洗浄する必要がある。また太陽光による藻類の成長を防ぐため、太陽光の当たらない屋内に設置することが望ましい。また、やむを得ず屋外に設置する場合には、太陽光の影響を軽減するため、調整槽を遮光性の材質で作

製する等の配慮が必要である。

(4) その他

①採水ポンプの予備

採水ポンプの事故による採水停止は、自動計測器を停止させることになる。このため、ポンプの予備を常備しておくことが望ましい。

②複数試料の計測

１台の自動計測器に複数の試料採取装置を接続することにより、複数の計測場所の試料を、１台の自動計測器で計測することが可能な場合がある。

この場合、各計測場所についての計測が間欠的になるため計測間隔が長くなり、時間的濃度変化を適切に把握できなくなるおそれが生ずるので注意する必要がある。

2.2 試料採取装置の設置場所

試料採取装置は、次の条件に適合した場所に設置すると良い。

(1) 複数の排水が合流している場合はこれらが良く混合された場所

排水路に複数の系統からの排水が合流している場合、それらが十分に混合された場所で試料の採取を行うことが大切である。また、排水路の途中で温度の異なる排水が合流する場合には排水に密度差が生じ、垂直方向に水質の異なる多層流となることが多い。したがって、これらの点に注意しながら水質が十分均一化されており、特定排出水の水質を代表する試料が得られる場所において試料の採取を行う必要がある。排水が自由表面をもつ流れの場合には、このような条件が得られる場所として、排水が自由落下する所すなわち、堰が設けられている場合にはその落下点があげられる。また管路満水の状態で排出している排水の場合には、管路に試料採取管等を設けて試料を採取する方法が一般的である。

(2) 自動計測器の設置場所にできるだけ近い場所

排水路から採取した試料を自動計測器の計測部に自動的に供給するための送水管の距離には、ポンプの能力、水質の変化、管路点検のしやすさを考慮する必要がある。このため、試料の採取場所と自動計測器の設置場所とはできるだけ近いことが望ましい。

(3) 水深が十分ある場所

試料の採取には水中ポンプや自吸式ポンプを用いることが一般的であるが、水深が浅いと水中ポンプ自体や自吸式ポンプの吸水管が空中に露出して試料を採取できなくなり、自動計測器による計測に支障を与えるばかりでなく、空転によってポンプが故障する危険性もある。

(4) ポンプや送水管の保守・点検が容易に行える場所

ポンプや送水管は汚れやすいため、自動計測器を安定して動作させる上で、日常の保守・点検を行うことが必要である。このためこれらの保守・点検作業を行う上で必

要なスペースや足場等が十分確保できる場所が望ましい。

2.3 維持管理

試料採取装置を良好な状態で使用するためには、日常の適切な保守・点検が大切である。以下に一般的な保守・点検の例を示すが、点検項目や頻度については、試料採取装置の構成や試料の性状により異なる点もあるので、これを参考にして、それぞれの状況に適した実施方法を把握することが必要である。

(1) 保守・点検手順

保守・点検手順の例を、図 2-2 に示す。

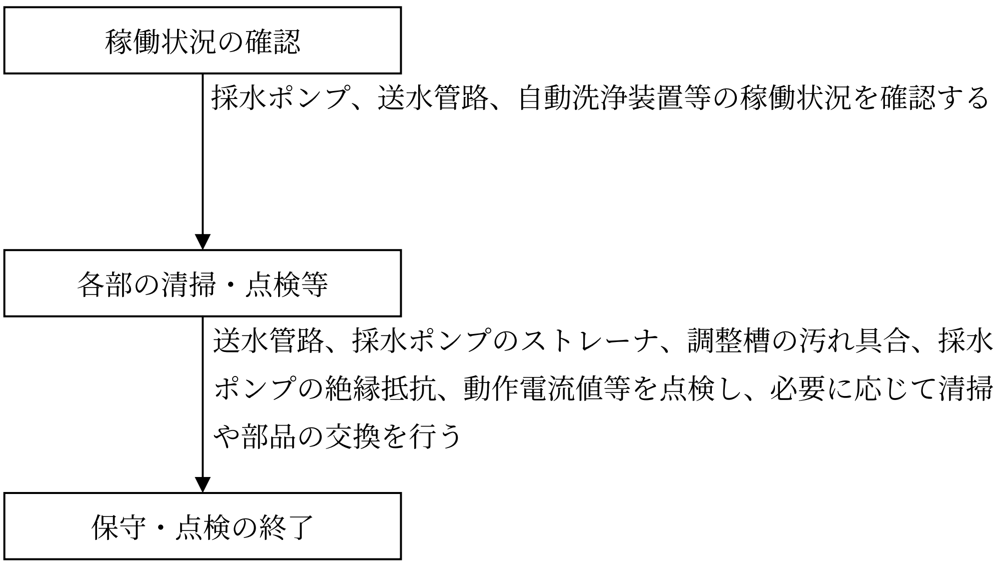


図 2-2　保守・点検手順（例）

(2) 保守・点検表

保守・点検表の例を表 2-1 に示す。

表 2-1 保守・点検表（例）

保守・点検事項		内容	保守・点検周期						実施方法
対象	事項		始動時	日	1～2週	1～3カ月	6カ月	1年	
採水ポンプ部	採水点	水中ポンプまたは吸水管が確実に潜水していること。また採水点に汚れがないこと	○	○		□			目視
	ポンプ動作電流等	正常な電流値であること 異常音のないこと	○		○				電流計の確認 異常のある場合はストレーナ、送水管の詰まり、ポンプの異常有無の確認を行う
	採水量	調整槽から十分オーバーフローする採水量が得られていること	○	○					目視 異常のある場合は詰まり、漏水を点検する
	詰まり	ストレーナ、吸水管、ポンプ内部に詰まりがないこと	○			□			目視。 異常のある場合は清掃、必要に応じて部品の交換を行う
	漏水	ポンプのシール部や配管接続部から、漏水のないこと	○		○	□			目視 異常のある場合は増し締め、必要に応じてシールの交換を行う
	絶縁試験	絶縁が保たれていること	○			□			絶縁抵抗計にて測定する。 ＤＣ５００Ｖで１ＭΩ以上あること
電源	接続部	ねじのゆるみや異常発熱のないこと	○			○		□	目視、 必要に応じて増し締め、ねじや端子の交換を行う
	ケーブル	異常発熱や被覆にキズ、剥がれのないこと	○			○		□	目視、 必要に応じて被覆の補修、ケーブルの交換を行う
調整槽	槽内の流量	定常的にオーバーフローしていること	○	○					目視 定常的にオーバーフローするよう、流量を調節する
	槽内の汚れ	汚れ、スライムの堆積、藻などの付着がないこと	○		○	□			目視 汚れている場合は清掃を行う
	ストレーナの目詰まり	目詰まりのないこと	○	○	□				目視 詰まりのある場合は取り除く
	水位検出器	正常に動作すること	○		○				目視
	漏水	漏水のないこと	○	○					目視
送水管路	詰まり	詰まりのないこと	○	○					目視
	汚れ	汚れによる水質の変化のないこ					□		採水点と調整槽の水質を検査す
	漏水	漏水のないこと	○	○					目視
自動洗浄装置	洗浄動作	設定通り洗浄が行われること	○		○				目視 洗浄を行わせ、設定通りの洗浄動作が行われることを確認する

注(1) 「始動時」とは据付け後,初めて稼働させるときや停止後再稼働させる時のことである。

(2) 保守・点検の事項、周期、実施方法等は機種や試料の性状等により異なるため、当該機種の取扱説明書によるほか、適宜頻度を上げるなど試料の性状に適した方法によって行う必要がある。

2.4 故障対策

試料採取装置の不具合は、試料の供給状態から判断できる場合がほとんどで、日常の保守作業により解決されることが大部分である。

一般的な故障対策の例を表 2-2 に示す。

表 2-2　故障対策(例)

現　　象	点　検　個　所	状　　況	処　　置
全く動作しない	供給電源	通電されていない	電源を供給する。
	ヒューズ又は遮断器	ヒューズが切れている 遮断器が落ちている	原因を調査、修復後、通電する
	採水ポンプ	動作しない	対地絶縁抵抗を点検し、異常の場合はポンプを交換する 動作が不適合の場合は、分解掃除、注油などを行い、必要により部品あるいはポンプの交換を行う
	電源ケーブル	断線または地落	故障個所の補修あるいは交換を行う
	電磁開閉器	誤配線・端子ねじのゆるみ	配線の修正あるいは、端子ねじの増し締めを行う
動作するが採水しないまたは、採水量が少ない	採水口ストレーナ	採水口ストレーナの詰まり	点検、清掃を行い、異物を除去する
	採水ポンプ	ポンプの故障	点検修理を行う。必要に応じてポンプを交換する。 （注）ポンプ動作電流は負荷の軽くなる故障（採水口の詰まり、インペラの摩耗）に対しては電流値が低下し、負荷の重くなる故障に対しては電流が増加するので、動作電流を点検することにより、故障個所の推定が容易になる
	流量調節弁	弁の開度、詰まり	弁の開度の調整あるいは、清掃を行う
	採水ポンプから調整槽までの配管	詰まり、漏水	清掃、異物の除去あるいは、漏水個所の修復を行う
調整槽から自動計測器への排水量が少ない	調整槽内ストレーナ	詰まり	清掃、異物の除去を行う
	調整槽から自動計測器までの配管	詰まり、漏水	清掃、異物の除去あるいは、漏水個所の修復を行う
その他漏水	排水、廃液等の経路	漏水	漏水個所の調査、修復を行う
自動洗浄動作が設定通りに行われない	制御装置	制御動作をしない	取扱説明書により点検し、修理を行う
	コンプレッサ	動作不適合	電源、圧力、油の量、ベルトのゆるみ等を点検し、修理を行う
	自動弁	切り替わり動作が行われない	弁の点検、分解掃除等の修理を行う 必要に応じて自動弁の交換を行う

３．全窒素自動計測器

3.1 自動計測器の最大目盛値

自動計測器の最大目盛値の設定に当たっては、単純にＣ値から決めず、総量への影響を考慮して、年間の実際の濃度変動から最適な最大目盛値を決めることを基本とする。

その際、特定排出水の年間を通じた最大濃度を含み、かつ常用濃度において総量規制で必要とされる精度が満足されるように、最大目盛値を設定することが望ましい。

しかしながら、排出水の濃度変動が著しく大きい場合、自動計測器の最大目盛値を最大濃度に合わせると低濃度時の測定精度が悪くなるという側面もある。そのため、排水処理施設が適切に稼働しているにも関わらず濃度変動が著しく大きい等、最大目盛値の決定が困難な場合や、排出水の最大濃度が常用濃度の５倍を超えるような場合（いずれも最大濃度がＣ値を大きく下回る場合を除く。）には、以下の手順で排出水の濃度の平準化を検討する。

(1) 濃度変動が著しく大きくなっている要因を明らかにし、その上で、濃度変動を低減させるための手法を検討する。

(2) (1)による対応が出来ない場合は、例えば以下のような計測誤差を減じる測定方法等による対応が可能か否か検討を行う。

①定期的補修時等、濃度変動が著しい時期が年数回程度ある場合は、コンポジットサンプラーにより流量に比例して採水し、指定計測法により測定する。

②予め変動の予測が可能で、かつ、自動計測器の計測ラインを２ライン仕様としている場合は、排水中の濃度に対応して計測ラインを切り替える。

（備考）濃度変動の低減手法

① 濃度変動が著しく大きくなっている要因が生産方式等による場合は、以下のような方法を検討する。

(ア) 製造ラインからの排出水そのものの濃度をできるだけ平準化できないか検討する。

(イ) 排水処理施設等を工夫し、濃度を平準化して排水を流すような対応を検討する。

②濃度変動が著しく大きくなる要因が製造工程での誤操作等の場合は、是正処置を講ずる。

〔製造工程での誤操作等の例：高濃度廃液は貯留し、処理は外部業者に委託することとなっていたが、現場担当者の判断で、時々、場内排水路に廃液を流していた。〕

3.2 性能基準と管理基準等

特定排出水の全窒素に関する汚染状態の計測に用いる自動計測器は、導入時に一定の性能（性能基準）を満足していること、その後の稼働時においても一定の性能（管理基準）が維持されていることが必要である。

以下に、自動計測器の性能基準及び管理基準を示す。

3.2.1 性能基準

性能基準を表 3-1 に示す。

表 3-1 は、導入時に自動計測器が満足していなければならない性能を示すものである。

性能基準において、ゼロ校正液及び標準試料溶液の計測は、自動計測器の基本性能を確認するものであり、実試料の計測はその試料への適合性を確認するものである。

なお、性能基準を満たしているか否かの試験（以下、「性能基準試験」という。）の手順については、3.3.2 を参照のこと。

表 3-1　性能基準

計測対象	計測回数	繰返し計測における許容差
ゼロ校正液	3 回以上	自動計測器による計測値の平均値に対する各計測値の FS 誤差(1)（FS；最大目盛値）が±5%FS 以内であること
標準試料溶液	3 回以上	標準試料溶液濃度に対する自動計測器による計測値の平均値の誤差率(2)が±10%以内、又はその差が±0.10mgN／L 以内であること
実試料	3 回以上	指定計測法(3)による測定値（3 回以上）の平均値に対する自動計測器による計測値の平均値の誤差率(4)が±10%以内、又はその差が±0.10mgN／L 以内であること

注(1) ゼロ校正液試験での FS 誤差は、次式により求める。

$$\text{FS誤差(\%FS)} = \frac{［自動計測器の各計測値］-［自動計測器の計測値の平均値］}{［自動計測器の最大目盛値］} \times 100$$

(2) 標準試料溶液試験での誤差率は、次式により求める。

$$\text{誤差率(\%)} = \frac{［自動計測器の計測値の平均値］-［標準試料溶液濃度］}{［標準試料溶液濃度］} \times 100$$

(3) 全窒素の指定計測法は、総和法(JIS K 0102 45.1)及び紫外吸光光度法(JIS K 0102 45.2)である。

(4) 実試料試験での誤差率は、次式により求める。

$$\text{誤差率(\%)} = \frac{［自動計測器の計測値の平均値］-［指定計測法の測定値の平均値］}{［指定計測法の測定値の平均値］} \times 100$$

（備考）実試料試験は、最大目盛値の 50%付近の濃度で行うことを基本とする。（実試料の採取については、3.3.2 の（注意事項）を参照）

なお、最大目盛値の 50%未満の濃度で試験を行った場合、許容差の判定は、誤差率に代えて FS 誤差(FS；最大目盛値)により行ってもよい。この場合、FS 誤差が±5%FS 以内であること、又は指定計測法による測定値の平均値に対する自動計測器による計測値の平均値の差が±0.10mgN／L 以内であること。

$$\text{実試料試験での FS 誤差(\%FS)} = \frac{[\text{自動計測器の計測値の平均値}] - [\text{指定計測法の測定値の平均値}]}{[\text{自動計測器の最大目盛値}]} \times 100$$

3.2.2 管理基準

管理基準を表 3-2 に示す。

表 3-2 は、稼働時に自動計測器が満足していなければならない性能を示すものである。

なお、指定計測法による測定試料と自動計測法による計測試料の同一性が確保できる場合に限り、表 3-2 の管理基準に代えて、表 3-3 の保守基準によることも可能である。

ここで、ゼロ校正液及び標準試料溶液の計測は、自動計測器の基本性能を確認するものであり、実試料の計測はその試料への適合性を確認するものである。

管理基準を満たしているか否かの試験（以下、「管理基準試験」という。）は、稼働中の自動計測器については定期的に行う。また、オーバーホール時や、排水の内容が大きく変化した場合、あるいは故障の修理や改造後等、計測条件が大きく変化した際にもこの試験を行う。

なお、管理基準を満足していないことが確認された場合には、取扱説明書に従って自動計測器を点検し、また、試料の水質変動も考慮して再度試験を行う。その結果が管理基準を満足していることを確認した後、計測に使用する。

管理基準試験の手順については 3.3.2 を、保守基準を満たしているか否かの試験（以下、「保守基準試験」という。）の手順については 3.3.3 を参照のこと。

表 3-2　管理基準

計測対象	計測回数	繰返し計測における許容差
ゼロ校正液	3 回以上	自動計測器による計測値の平均値に対する各計測値の FS 誤差が±5%FS 以内であること
標準試料溶液	3 回以上	標準試料溶液濃度に対する自動計測器による計測値の平均値の誤差率が±15%以内、又はその差が±0.15mgN／L 以内であること
実試料	3 回以上	指定計測法による測定値（3回以上）の平均値に対する自動計測器による計測値の平均値の誤差率が±15%以内、又はその差が±0.15mgN／L以内であること

(備考) 実試料試験は、最大目盛値の 50%付近の濃度で行うことを基本とする。(実試料の採取については、3.3.2 の（注意事項）を参照)

なお、最大目盛値の 50%未満の濃度で試験を行った場合、許容差の判定は、誤差率に代えて FS 誤差(FS；最大目盛値)により行ってもよい。この場合、FS 誤差が±7.5%FS 以内であること、又は指定計測法による測定値の平均値に対する自動計測器による計測値の平均値の差が±0.15mgN／L 以内であること。

保守基準を表 3-3 に示す。

表 3-3 は、稼働中の自動計測器の保守状態を簡便に判断する基準である。ただし、この基準を用いることができるのは、指定計測法による測定試料と自動計測法による計測試料の同一性が確保できる場合に限る。

表 3-3　保守基準

計測対象	計測回数	頻度	計測における許容差
実試料	１回以上	概ね月１回程度（１ヶ月の間に排水濃度が大きく変動する場合には頻度を多くする等実態に応じて検討）	指定計測法による測定値（1回以上）の平均値に対する自動計測器による計測値（1回以上）の平均値の誤差率が±15%以内、又はその差が±0.15mgN／L以内であること

（注意事項）

(1)排水の濃度の変動が大きい事業場の場合、試験は排水の濃度が高い時に行う。

(2)試験は、定期的保守･点検の前に行う。また、自動校正機能をもつ自動計測器の場合は、自動校正が実行される前に行う。

(備考) 表 3-2 管理基準の備考と同じ。

3.3 性能基準試験及び管理基準試験等

自動計測器が性能基準及び管理基準を満たしているか否かは、ゼロ校正液及びスパン校正液で自動計測器の目盛校正を行った後、ゼロ校正液、標準試料溶液及び実試料をそれぞれ3回以上計測し、その繰返し計測における許容差から確認する。

3.3.1 ゼロ校正液、スパン校正液、標準試料溶液及び実試料の調製

(1) ゼロ校正液

ゼロ校正液はJIS K 0557で規定する水の種別A3の水で、窒素化合物を含まないものを用いる。

このゼロ校正液は、自動計測器の目盛校正及びゼロ校正液の繰返し計測における許容差の試験に用いるほか、スパン校正液、標準試料溶液の調製に用いる。

(2) スパン校正液

スパン校正液は、スパン校正原液を自動計測器の最大目盛値に見合う濃度（例えば 80～100%）に希釈して用いる。以下にスパン校正原液及びスパン校正液の調製方法の例を示す。詳細については自動計測器の取扱説明書を参照する。

①スパン校正原液

スパン校正原液として窒素濃度200mgN／Lの硝酸カリウム溶液を、次のとおり調製する。

JIS K 8548に規定する硝酸カリウムをあらかじめ105～110℃で約3時間加熱し、デシケーター中で放冷する。そのうち1.444gをとり、少量のゼロ校正液に溶かして、全量フラスコ1000mLに入れ、ゼロ校正液を標線まで加える。

②スパン校正液

スパン校正原液をゼロ校正液で希釈して調製する（表3-4のスパン校正液調製表（例）参照）。例えば10mgN／Lのスパン校正液の場合には、スパン校正原液50mLを全量フラスコ1000mLにとり、ゼロ校正液を標線まで加える。

このスパン校正液は、自動計測器の目盛校正に用いる。

表3-4　スパン校正液調製表（例）

スパン校正液濃度(mgN/L)	全量フラスコ(mL)	スパン校正原液の採取量(mL)
2.0	1000	10
5.0	1000	25
10	1000	50
20	500	50
50	200	50
100	200	100
200(1)	————	————

注(1)　200mgN／Lについてはスパン校正原液をそのまま用いる。

(3) 標準試料溶液

標準試料溶液は、標準試料原液を自動計測器の計測範囲に見合う濃度（例えば最大目盛値の中央値付近の濃度）に希釈して用いる。

①標準試料原液

標準試料原液として窒素濃度 200mgN／L の L-グルタミン酸・硫酸アンモニウム混合液(L-グルタミン酸:100mgN／L・硫酸アンモニウム 100mgN／L)を、次のとおり調製する。

JIS K 9047 に規定する L-グルタミン酸（105℃で 3 時間乾燥後、シリカゲルを入れたデシケーター内で放冷したもの)1.050g を約 60℃のゼロ校正液約 300mL に溶かし、冷却した後、JIS K 8960 に規定する硫酸アンモニウム（105℃で 3 時間乾燥後、シリカゲルを入れたデシケーター内で放冷したもの）0.472g を溶かして全量フラスコ 1000mL に入れ、ゼロ校正液を標線まで加える。

②標準試料溶液

標準試料原液をゼロ校正液で希釈して調製する（表 3-5　標準試料溶液調製表（例）参照）。

例えば 10mgN／L の標準試料溶液を調製する場合には、標準試料原液 50mL を全量フラスコ 1000mL にとり、ゼロ校正液を標線まで加える。

この標準試料溶液は、自動計測器による標準試料溶液の繰返し計測における許容差の試験に用いる。

表 3-5　標準試料溶液調製表（例）

標準試料溶液濃度(mgN/L)	全量フラスコ(mL)	標準試料原液の採取量(mL)
2.0	1000	10
5.0	1000	25
10	1000	50
20	500	50
50	200	50
100	200	100
200(1)	――――	――――

注(1)　200mgN／L については標準試料原液をそのまま用いる。

(4) 実試料

試料採取装置から自動計測器の試料水槽に導入される試料を、実試料として必要量採取する。

採取した試料は十分かくはんして懸濁物を均一に分散させ、自動計測器による計測用及び指定計測法による測定用の二つに分割する。

3.3.2 性能基準試験及び管理基準試験の手順

(1) 目盛校正

目盛校正は、自動計測器内各部の汚れ等を除去した後に行う。目盛校正は、ゼロ校正及びスパン校正によって行う。自動計測器の一般的なゼロ及びスパン校正の手順の例を図 3-1 に示す。詳細は取扱説明書を参照する。

(2) ゼロ校正液の計測

ゼロ校正液を 3 回以上計測し、その計測値の平均値に対する各計測値の差が、表 3-1 及び表 3-2 の基準を満足していることを確認する。

(3) 標準試料溶液の計測

標準試料溶液を 3 回以上計測し、標準試料溶液濃度に対する計測値の平均値の差が、表 3-1 及び表 3-2 の基準を満足していることを確認する。

(4) 実試料の計測

実試料を十分かくはんして 3 回以上計測し、その平均値を求める。

次項(5)に記してある指定計測法による測定値の平均値に対する計測値の平均値の誤差率又はその差が、表 3-1 及び表 3-2 の基準を満足していることを確認する。

(5) 指定計測法による測定

自動計測器により計測したものと同一の実試料を、全窒素の指定計測法により 3 回以上測定する。

(注意事項)

(1) 標準試料試験

①標準試料溶液は、性能基準試験及び管理基準試験の直前に調製して使用する。

②標準試料溶液をやむを得ず保存する場合は、暗所で冷蔵保存する。
保存期間が比較的長期（１ヶ月以内）に及んだ場合は、性能基準試験及び管理基準試験の直前に指定計測法により濃度の確認を行う。

③長期間(1 ヶ月以上)保存した標準試料溶液は、性能基準試験及び管理基準試験には使用しない。

④りん標準試料には窒素成分を含むため、窒素標準試料溶液とりん標準試料溶液を混合して使用する場合は注意が必要である。

(2) 実試料試験

①実試料の採取については、下記の事項に注意する。

a)試料の全窒素の濃度変動が大きい場合は、負荷量への影響が大きい濃度範囲の試料を採取する。

b)最大目盛値の 50%付近の濃度の試料を採取することが極めて困難な場合であっても、採取時間や採取場所を変える等、採取方法を工夫して、最大目盛値の 20%以上の濃度の試料を採取する。

c）最大濃度がＣ値を大きく下回る場合は、相対的に高濃度な排出水が排出され

ている時に採取し、これを試料とする。

②自動計測器による計測及び指定計測法による測定は、いずれも試料採取後速やかに行う。

③試料は、自動計測器に付属しているストレーナ以外の試料採取装置を通さずに自動計測器に導入する。このとき、必要に応じてスターラー等でかくはんし、試料の均一性を確保する。

④試料導入経路を自動洗浄する機能のある自動計測器では、洗浄水が試料採取口へ戻る場合がある。オフラインで計測するときは、洗浄水が試料に混入することを防ぐため、自動洗浄機能をオフに切り替える。

⑤許容差を外れた場合には、自動計測器の点検とともに、指定計測法の操作、純水（ゼロ校正液、試料及び試薬の希釈水）の水質、試薬の濃度及び不純物、スパン校正液の濃度、試料の変質などについて検討する。

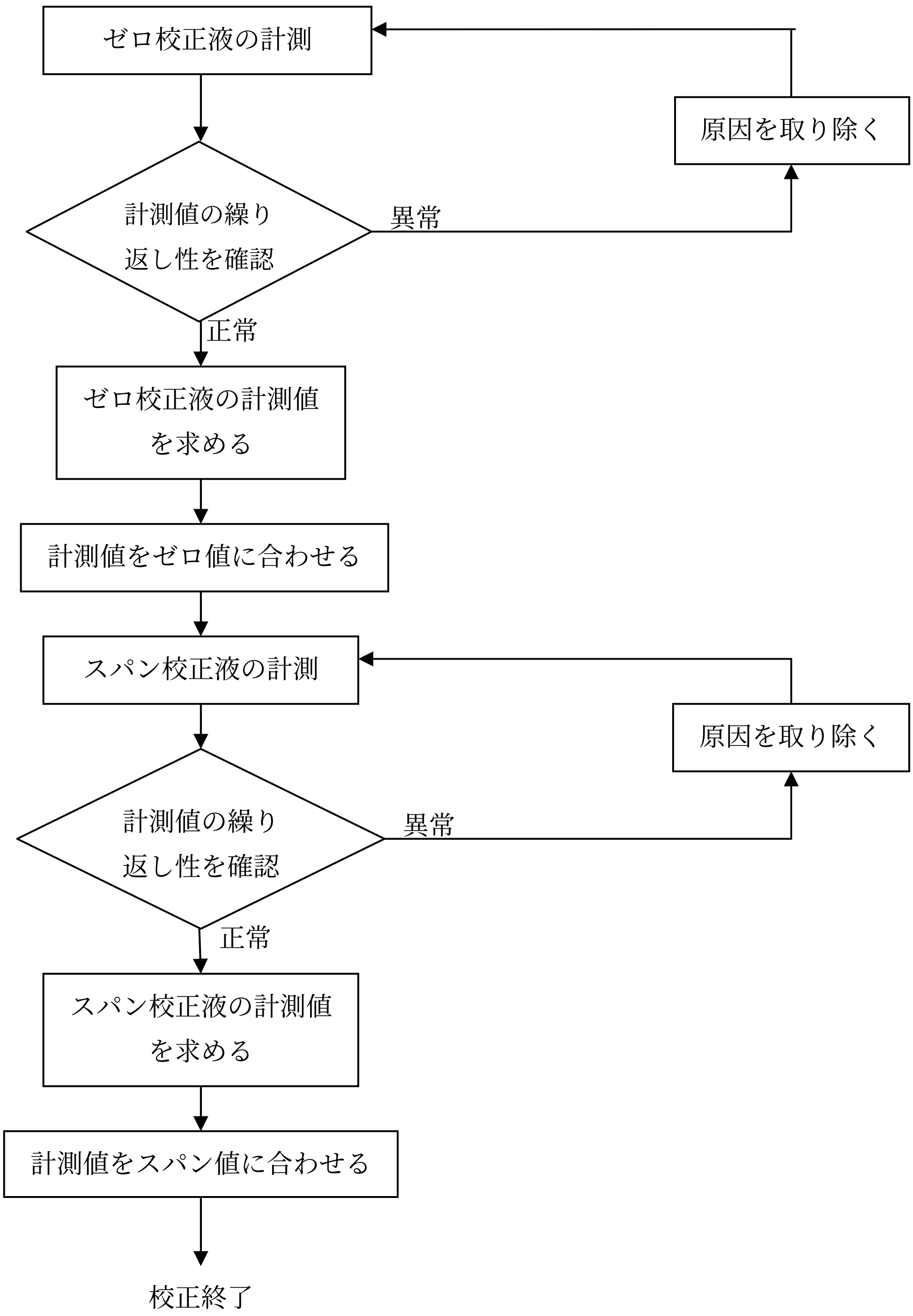


図 3-1　ゼロ及びスパン校正の手順(例)

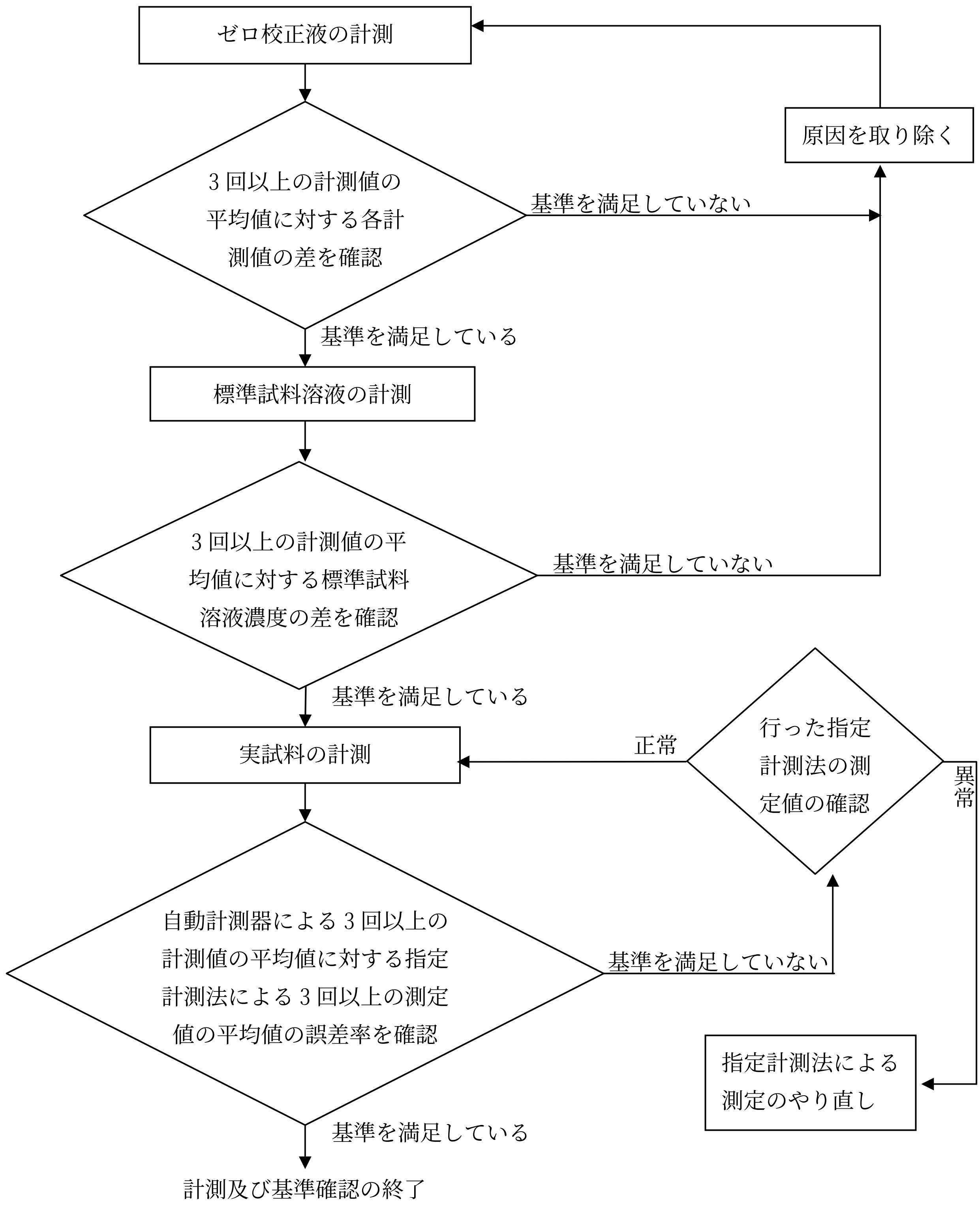


図3-2　性能基準試験及び管理基準試験の手順（例）

3.3.3 保守基準試験の手順

保守基準試験は、以下の(1)～(3)のいずれかの方法によって行う。(1)の方式で行うことを基本とするが、排水の濃度変動が少ない等により、自動計測器による計測用と指定計測法による測定用の試料の同一性を容易に確保できる場合は、(2)又は(3)のオンラインによる試験によってもよい。

(1) 1回採水オフライン試験

この試験は、自動計測器が試料採取装置と切り離され、自動的に試料が導入できない状態（オフライン）で行う。

① 自動計測器の試料水槽に導入される試料の必要量を容器に採取し、自動計測器によりオフラインの状態で計測する。

② 自動計測器での計測に用いた試料と同一の試料を、全窒素の指定計測法によって1回以上測定する。

③ 指定計測法による測定値の平均値を求め、その平均値に対する自動計測器による計測値の誤差率 又は計測値の差が表3-3の許容差を満足していることを確認する。

④ 許容差を満足しなかった場合には、自動計測器の点検、校正、整備を行った後、再試験を行う。または管理基準試験を行う。

(2) コンポジットオンライン試験

この試験は、自動計測器が試料採取装置を通じて自動的に試料の導入ができる状態（オンライン）で行う。

また、この試験は、保守基準の試験に要する時間内での試料の濃度変動が小さい場合に適用する。

① 自動計測器への試料の導入と同時に、同一試料を指定計測法による測定用の試料として必要量採取する。

② 指定計測法に用いる試料と同一の試料について、自動計測器による計測値を記録する。

③ ①、②の操作を3回以上行う。

④ 指定計測法用として採取した各試料から同量ずつを分取して混合し、混合試料とする。

⑤ 全窒素の指定計測法により、混合試料を1回以上測定する。

⑥ 指定計測法による測定値の平均値に対する自動計測器による計測値の平均値の誤差率又は平均値の差が表3-3の許容差を満足していることを確認する。

⑦ 許容差を満足しなかった場合には、自動計測器の点検、校正、整備を行った後、

再試験を行う。または管理基準試験を行う。

(3) 1回採水オンライン試験

この試験は、自動計測器が試料採取装置を通じて自動的に試料の導入ができる状態（オンライン）で行う。

また、この試験は、保守基準の試験に要する時間内における試料の濃度変動が、極めて小さい場合に適用する。

① 自動計測器の試料の導入と同時に、同一試料を指定計測法による測定用の試料として必要量採取する。

② 指定計測法による測定用の試料と同一の試料について、自動計測器による計測値を記録する。

③ 全窒素の指定計測法により、採取試料を1回以上測定する。

④ 指定計測法による測定値の平均値に対する自動計測器による計測値の誤差率又は計測値の差が表3-3の許容差を満足していることを確認する。

⑤ 許容差を満足しなかった場合には、自動計測器の点検、校正、整備を行った後、再試験を行う。または管理基準試験を行う。

3.4 全窒素自動計測器の概要

現在市販されている全窒素自動計測器には次のような方式がある。参考として紹介する。

(1) アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法（120℃）
(2) 接触熱分解-化学発光法
(3) アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法（100℃以下）
(4) アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA-紫外吸光光度法（150℃～160℃）
(5) アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法（100℃以下）

これらの全窒素自動計測器の計測原理、構成、仕様等の詳細については 3.4.1～3.4.5 に示す。ここでは共通的な仕様(例)を表 3-6 に示す。

表 3-6　全窒素自動計測器の共通仕様(例)

項目	仕様	備考
計測原理	※機種により異なる	※各計測原理の項に記載
分解方法	※機種により異なる	※各計測原理の項に記載
検出方法	※機種により異なる	※各計測原理の項に記載
計測範囲(例)	0～2mgN／L から 0～200mgN／L 等	※各計測原理の項に記載
計測時間	1 計測 1 時間以内	※各計測原理の項に記載
繰返し性	最大目盛値の±5%以内	3 回計測平均値との偏差
直線性	最大目盛値の±5%以内	3 回計測平均値との偏差
ゼロ、スパンドリフト	最大目盛値の±5%以内	24 時間
試薬貯蔵量	2 週間以上計測可能な量	
希釈水及び洗浄水	窒素化合物を含まないこと	JIS K 0557 で規定する種別 A3 の水
試料条件	温度：2～40°C	
設置環境条件	温度　：2～40°C 湿度　：85%以下 その他：直射日光、振動衝撃、腐食性ガス、ダスト、誘導障害等のないこと	
電源電圧	AC100V±10V、50 又は 60Hz	
耐電圧	AC1000V、1 分間で異常のないこと	
絶縁抵抗	2MΩ以上（DC500V）	JIS C 1302
記録計	内蔵又は外部出力により外部の記録装置と接続できること	

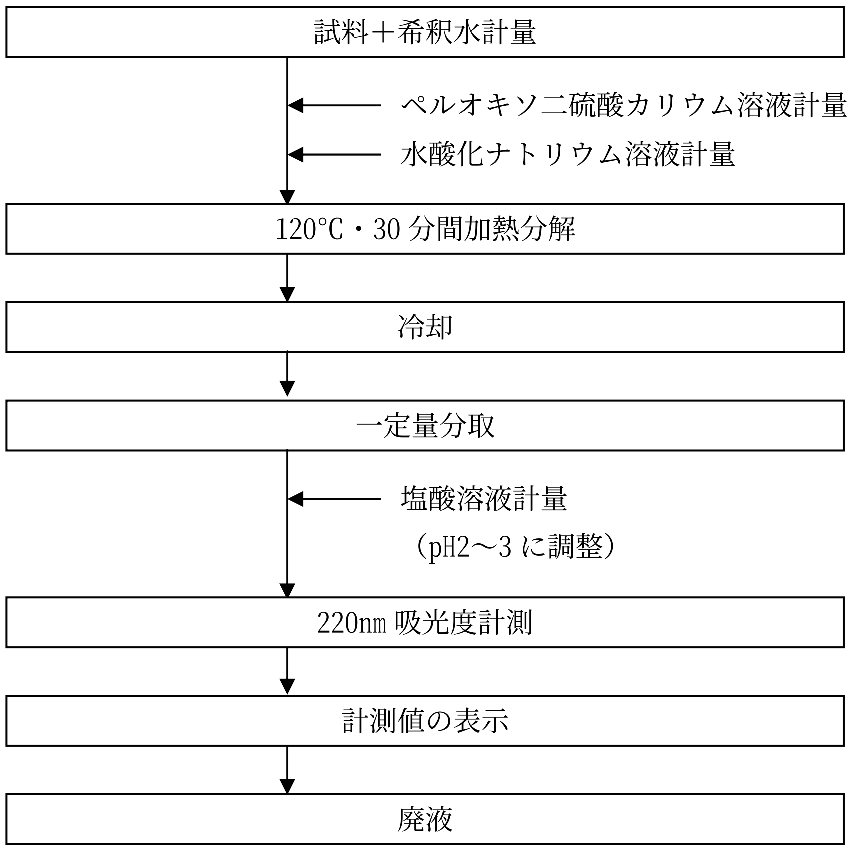
次ページへ続く

項目	仕様	備考
外部出力信号	計測値（電流又は電圧出力） 電源断、保守中、警報（接点出力）	※取扱説明書に記載
外部入力信号	外部始動信号（接点入力）	※取扱説明書に記載
試薬の特性及び品質	※各機種による	※取扱説明書に記載
廃液の処理方法	※各機種による	※取扱説明書に記載

3.4.1 全窒素自動計測器（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法（120℃））

(1) 計測原理

適量の試料にペルオキソ二硫酸カリウム溶液及び水酸化ナトリウム溶液を加え、120℃で30分間加熱し酸化分解を行い、窒素化合物を硝酸イオンに分解する。分解された試料を適温に冷却した後一定量を分取し、塩酸を加えpHを2～3に調整する。pH調整された分解試料を220㎚の波長にて吸光度を求め、試料の全窒素濃度を計測する。この計測方法は、指定計測法に準拠している。計測動作例を図3-3に示す。



注１　希釈水は、窒素化合物を含まない処理された水を使用すること。

注２　廃液は、装置の取扱説明書に記載された方法等で適切に処理すること。

図 3-3　全窒素自動計測器の計測動作（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法）

(2) 構成例

計測器は、試薬貯蔵部、試料（希釈水）・試薬計量部、加熱分解部、冷却反応部、吸光度計測部、洗浄機構部、制御部及び指示・記録・外部入出力部で構成される。装置構成例を図3-4に示す。

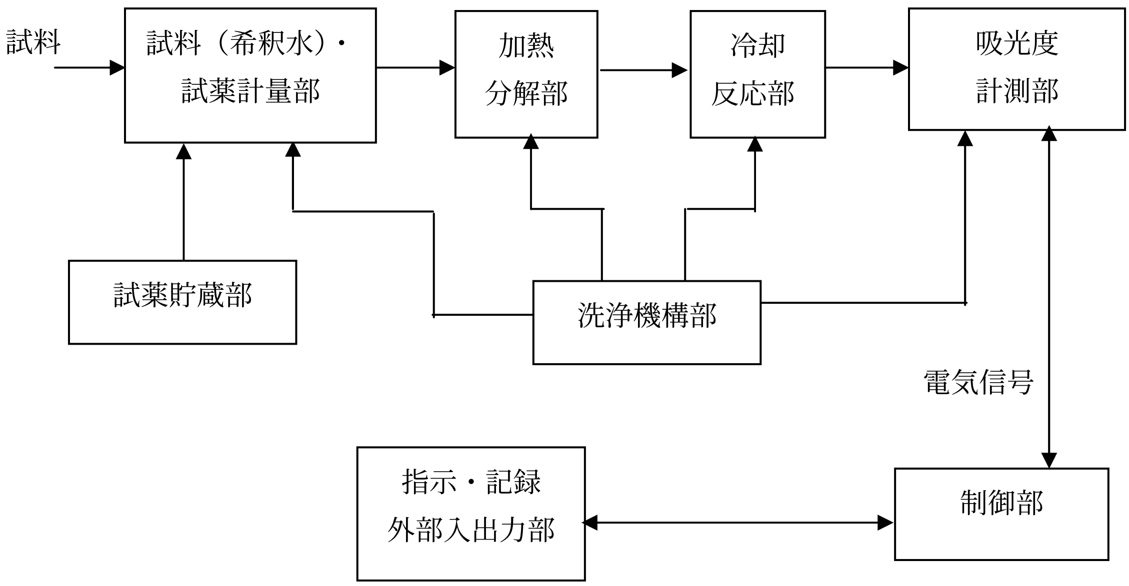


図3-4　全窒素自動計測器の装置構成（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法）

①試薬貯蔵部

試薬貯蔵部は、ペルオキソ二硫酸カリウム溶液、水酸化ナトリウム溶液及び塩酸溶液を、２週間以上運転可能な量が貯蔵できる貯槽で構成されている。

②試料(希釈水)・試薬計量部

試料(希釈水)・試薬計量部は、試料（希釈水）や試薬を正確に計量し、所定の部分に送液される機能をもち、試料計量器、希釈水計量器、ペルオキソ二硫酸カリウム溶液計量器、水酸化ナトリウム溶液計量器及び塩酸溶液計量器等で構成されている。

③加熱分解部

加熱分解部は、温度計、ヒータ及び耐酸耐圧製容器より構成されている。内部温度は120℃に制御され、30分間加熱して試料を酸化分解する。

④冷却反応部

冷却反応部は、冷却器、温度計、かくはん器及び冷却反応槽より構成されている。分解した試料を適温まで冷却させ一定量を計量し、塩酸溶液を添加し、pH2～3に調整する機能をもっている。なお、pH調整を吸光度計測部で行っているものもある。

⑤吸光度計測部

吸光度計測部は、光源ランプ、吸収セル、干渉フィルタ(220nm)及び検出器より構成されている。pH調整された分解試料の220nmの吸光度を計測する部分である。

⑥制御部

制御部は、各機能部の制御、各センサ信号の処理及び計測値の演算等を行う部分である。

⑦表示・記録・外部入出力部

表示・記録部は、計測工程や制御信号等の表示器及び計測値を記録する記録器より構成される。また、外部入出力部は、入力接点信号、出力接点信号及び計測値出力信号を外部に出すための部分である。

⑧洗浄機構部

洗浄機構部は、洗浄水槽、洗浄弁等から構成されており、各部の洗浄を行う部分である。

(3) 仕様

仕様例を表 3-7 に示す。

表 3-7　仕様（例）

項　目	仕　様
計測原理	アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法
計測範囲	0～2mgN／L から 0～200mgN／L 等
分解方式	120℃加熱分解法
検出方式	紫外吸光光度法(測定波長 220nm)
計測時間	1 計測 60 分
繰返し性	最大目盛値の±3%以内等
試薬貯蔵量	2 週間以上計測可能な量
その他	共通仕様は表 3-6 のとおり

(4) 維持管理

計測器を良好な状態で使用し、正しい指示値を維持するためには、日常の適切な保守点検が大切である。日常の保守点検の事項、周期、実施方法等は試料の性状、設置場所、配管等によって異なるため、計測器ごとに決めることが重要である。日常の保守点検手順（例）を図3-5に、保守点検表（例）を表3-8に示す。

稼働状況の確認等

警報ランプ、記録値、試料・浄水配管経路等の稼動状況を確認する

↓

各部の洗浄等

試料計量器、試薬計量器、加熱分解槽、冷却反応槽、吸収セル、配管類等の汚れ具合を点検し、必要に応じて清掃を行う

↓

試薬等の調製・補充

試薬残量を確認する

↓

各部の動作確認

試料計量器・試薬計量器の計量動作、加熱分解槽の温度、冷却反応槽の点検、光学系の点検等の動作状況を確認する

↓

計測器の調整

定期的にゼロ校正・スパン校正を行う
計測は２回以上行う

↓

記録紙等の確認

記録紙の残量を確認し、必要に応じ交換する

↓

保守・点検の終了

図3-5　保守点検手順（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法）

表 3-8　全窒素自動計測器の保守・点検表（例）

（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法）

○：点検　　□：清掃、洗浄（必要に応じて部品などの交換）

保守・点検事項		内容	保守・点検周期						実施方法
対象	事項		始動時	日	1～2週	1～3カ月	6カ月	1年	
試料採取部	採水、排水経路の点検	各部の詰まり、汚れ及び漏れ等がなく、十分な量が流れていること	○	○		□			目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部増し締めなど適切な処置を行う
	洗浄水経路の点検	各部の詰まり、汚れ及び漏れ等がなく、十分な量が流れていること	○	○		□			目視による点検を行う
	計量部の動作点検 計量器の洗浄	計量部が正常に動作していること 計量部に汚れ、詰まりなどがないこと	○	○		□	□		目視による点検を行う必要に応じて洗浄や交換を行う
	供給部の動作確認	供給部が正常に動作していること	○	○					供給動作が異常であるとき点検する
試薬計量部	導入経路の点検	汚れ・漏れ等がなく、気泡が混入していないこと	○	○		□			目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部増し締めなど適切な処置を行う
	残量点検	次回の点検時までの予測消費量が残存していること	○		○				目視による点検を行う必要に応じて補充する（原則として注ぎ足ししない）
加熱分解部	設定温度の確認	所定の設定温度になっていること	○	○					表示器で設定温度に調整されていること
	接続部の確認	圧漏れがないこと	○	○			□		加熱中に水蒸気等が出ていないこと
	漏れの点検	液漏れなどがないこと	○	○			□		目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部増し締めなど適切な処置を行う
冷却反応部	設定温度の確認	所定の設定温度になっていること	○		○				表示器で設定温度に調整されていること
	反応槽の点検	漏れや亀裂などがないこと 内部が汚れていないこと	○	○		○	□		目視による点検を行う必要に応じて洗浄や交換を行う
	計量動作の点検	正常に計量動作していること				○			目視による点検を行う。必要に応じて洗浄や交換を行う
吸光度計測部	光源ランプの点検	光源ランプの劣化状況を確認する	○		○			□	ゼロ点の計測出力が所定の値以上であること
	吸収セルの点検	セルの内面や窓に汚れなどがないこと	○			○	□		目視による点検を行い，必要に応じて、酸などで洗浄を行う

次ページへ続く

○：点検　　□：清掃、洗浄（必要に応じて部品などの交換）

保守・点検事項		内容	保守・点検周期						実施方法
対象	事項		始動時	日	1~2週	1~3カ月	6カ月	1年	
配管部	配管経路の点検	電磁弁の開閉が正常であること 配管の漏れ、き裂のないこと	○			○	□		目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部増し締めなど適切な処置を行う
	エアーポンプの点検	適正な流量が確保されていること	○			○		□	ポンプの動作音、振動などの点検を行う 必要に応じ、ダイヤフラムなど部品の交換を行う
制御部	シーケンスの確認	所定の動作が正常に制御されていること	○			○			タイムチャートに沿って正常に動作していることを確認する
	繰り返し性	所定の性能を維持していること				○			標準液による計測値で確認する
	ゼロの校正	ゼロ校正液による確認をする	○		○				計測を行い校正する
	スパンの校正	スパン校正液による確認をする	○		○				計測を行い校正する
指示・記録部	記録紙	次回点検時までの記録紙が残っていること	○	○		□			目視による点検を行う 残量が少ないときは、交換を行う
	インクリボン	次回点検時までの必要量が残っていること	○	○			□		目視による点検を行う 必要に応じ、補充または、交換を行う
	動作状態の確認	記録状態が良好であること	○	○					目視による点検を行う 必要に応じ適切な処置を行う
		記録紙の送りが良好であること	○	○					目視による点検を行う 必要に応じ適切な処置を行う

注(1) [始動時」とは据付け後、始めて稼動させるときや停止後再稼動させるときのことである。
　(2) 保守・点検の事項、周期、実施方法等は機種や試料の性状等により異なるため、当該機種の取扱説明書によるほか、適宜頻度を上げるなど試料の性状に適した方法によって行う必要がある。

(5) 故障対策

故障は、日常の保守点検時に発見される場合が多い。特に計測指示の異常や動作が異常等、日常の目視による異常発見が故障対策の第一歩となる。

計測器の故障の際には、計測原理や各部の機構を熟知した上で処置することが大切である。使用者が処理できる範囲でのトラブルと処置法を表 3-9 に示す。ここに示されていないトラブルについては、装置の取扱説明書の故障対策を参照し、状況に応じて製造業者又は修理業者に連絡し処置することが望ましい。

表 3-9　全窒素自動計測器の故障対策（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解-紫外吸光光度法）

現　　象	点 検 個 所	状　　況	処　　置
全く動作しない	供給電源	通電されていない	電源を投入する
	ヒューズ又は遮断器	ヒューズが切れている 遮断器が落ちている	原因を調べ復旧後通電する コネクタ端子等の緩み、脱落がないか調べる
	コネクタ、端子の接続部	接触不良	配線の接続を確実にする。ねじの緩みは締める
計測値が異常 (振り切れる) （ばらつく） (高い) (低い)	試料（希釈水）・試薬計量部	液面検出器の動作不良	コネクタ端子等の緩みがないか調べる 必要に応じ、検出器の交換を行う
		計量容量が変化する	計量弁の開閉動作、導入ポンプの動作を確実にする
	加熱分解部	温度が上がらない	コネクタ端子等の緩み脱落がないか調べる 温度検出器に故障がないか調べる ヒータが切れていないか調べる
		圧漏れ、液漏れがある	パッキン部の点検又は交換をする 電磁弁に故障がないか調べる
	冷却反応部	設定温度にならない	冷却器の水量が確保されているか確認する
		塩酸の計量不良	塩酸溶液の計量器に問題がないか調べる
	吸光度計測部	ゼロ点、スパン点が大きくずれる	吸収セルの洗浄を行う 光学系にずれがないか調べる 光学系のコネクタの緩みは締める 必要に応じ、ランプの交換を行う
	洗浄機構部	洗浄水が汚れた	原因を取り除き貯蔵槽を洗浄する 必要に応じ、イオン交換樹脂、活性炭等の交換を行う
		洗浄水がこない	配管の接続部を増し締する 詰りがあれば原因を取り除く
	試薬貯蔵部	試薬の消費が少ない	配管の接続部を増し締する 詰りがあれば原因を取り除く

3.4.2 全窒素自動計測器（接触熱分解-化学発光法）

(1) 計測原理

一定量に計量された少量の試料を、キャリアガスとともに触媒を備えた分解炉に注入して酸化反応を行わせ、窒素化合物を一酸化窒素に酸化させた後、オゾン発生器で生成したオゾンと反応させて二酸化窒素にする。この際に生じた励起状態の二酸化窒素が安定な二酸化窒素になるとき波長 590～2500㎚ の光を放射する。この放射光の強度は窒素の濃度に比例するので、発生する光を検出器で受光して全窒素濃度を計測する。このような反応で生じた光の作用を化学発光という。

全窒素自動計測器では、予めゼロ及びスパン校正液を用いて目盛校正を行い、その指示値から試料中の全窒素濃度を求める。

この計測原理は、①計測用の試薬が不要である、②計測周期が短い、③海水中の全窒素計測が可能である等の特長をもつ。計測動作例を図 3-6 に示す。

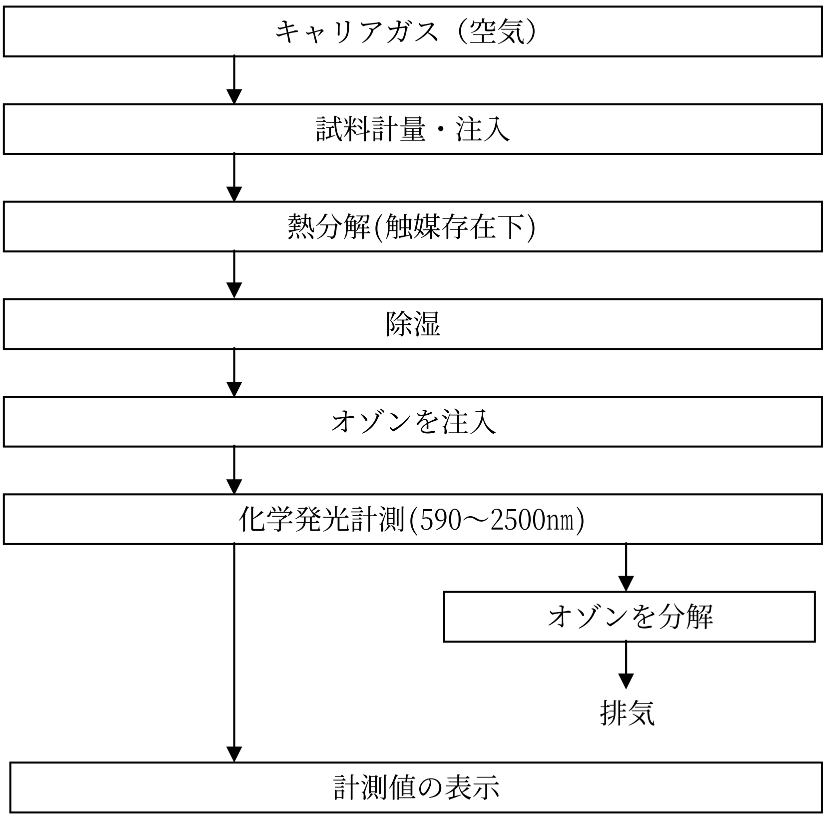


図 3-6　全窒素自動計測器の計測動作（例）
（接触熱分解-化学発光法）

(2) 構成

全窒素自動計測器は、試料(希釈水)計量・導入部、熱分解部、除湿部、オゾン発生部、化学発光検出部、排ガス処理部、制御部、指示・記録・外部入出力部等から構成されている。構成例を図 3-7 に示す。

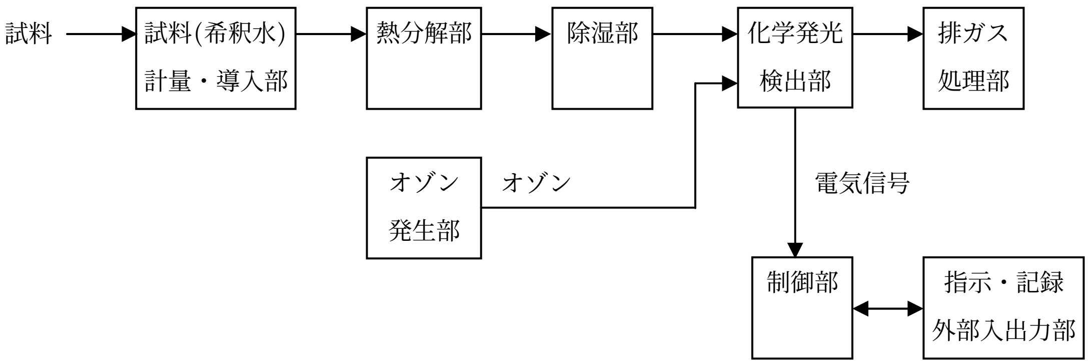


図 3-7　全窒素自動計測器（接触熱分解-化学発光法）の構成（例）

①試料(希釈水)計量・導入部

試料(希釈水)計量・導入部は、試料を採取して所定量計量し次の熱分解部に導入する。

また、必要に応じて試料を希釈する機能をもっている。

②熱分解部

熱分解部は、熱分解触媒が充填された高温の反応部であり、導入された試料中の窒素成分は一酸化窒素に変換される。ここで気体となった試料はキャリアガスで次の除湿部に送られる。

③除湿部

除湿部は、例えば電子クーラによる冷却等の手段によりキャリアガス中の水分を除去する。

④オゾン発生部

オゾン発生部は、化学発光反応に必要なオゾンを発生する。

⑤化学発光検出部

除湿されたキャリアガスとオゾンは、ここに導入される。キャリアガス中の一酸化窒素とオゾンが反応して準安定状態に励起された二酸化窒素となる。これが安定状態の二酸化窒素となる際に発生する光を受光し、電気信号に変換する。化学発光の強さはキャリアガス中の一酸化窒素の量に比例するので、変換された電気信号の大きさは、キャリアガス中の窒素成分の量に比例する。

⑥排ガス処理部

化学発光検出部からの排ガスは、オゾン等の有毒成分を除去したのち排気される。

⑦制御部

制御部は、計測器の全体の動作を制御し、計測値の演算も行う。

⑧表示・記録・外部入出力部

表示・記録部は、計測工程や制御信号等の表示器及び計測値を記録する記録器より構成される。また、外部入出力部は、入力接点信号、出力接点信号及び計測値出力信号を外部に出すための部分である。

(3) 仕様

仕様例を表 3-10 に示す。

表 3-10 仕様（例）

項　目	仕　様
計測原理	接触熱分解・化学発光法
計測範囲	0～1 mgN／L から 0～4000mgN／L
分解方式	接触熱分解
検出方式	化学発光検出法
計測時間	1 計測 5 分
繰返し性	最大目盛値の±3%以内等
その他	共通仕様は表 3-6 のとおり

(4) 維持管理

計測器を良好な状態で使用し、正しい指示値を維持するためには、日常の適切な保守点検が大切である。日常の保守点検の事項、周期、実施方法等は試料の性状、設置場所、配管等によって異なるため、計測器ごとに決めることが重要である。日常の保守点検手順（例）を図 3-8 に、保守点検表（例）を表 3-11 に示す。

稼働状況の確認等

↓ 警報ランプ、記録値及び故障印字を確認し、必要に応じて異常個所を点検し修復する
漏水等を点検し必要に応じて修理する

各部の洗浄等

↓ 試料計量部・熱分解部・セル窓・オゾン分解部・配管等を点検し、必要に応じて洗浄する

希釈水・スパン校正液の確認

↓ 希釈水・スパン校正液の残量を点検し、必要に応じて補充する

各部の動作確認

↓ キャリアガス供給部・試料注入部・熱分解部・除湿部等の動作を確認し、必要に応じて修復する

計測器の調整

↓ 定期的にゼロ校正・スパン校正を行う
計測は２回以上行う

記録装置の点検

↓ 記録紙の残量を点検し、必要に応じて交換する

保守・点検の終了

図 3-8　保守・点検手順（例）
（接触熱分解-化学発光法）

表 3-11　保守・点検表(例)

（接触熱分解-化学発光法）

○：点検 □：清掃、洗浄（必要に応じて部品などの交換）

保守・点検事項		内容	保守・点検周期						実施方法
対象	事　項		始動時	日	1～2週	1～3カ月	6カ月	1年	
試料採取部	採水、排水経路の点検	各部の詰まり、汚れ及び漏れ等がなく、十分な量が流れていること	○	○		□			目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部増し締めなど適切な処置を行う
	液量点検	次回点検までの予測消費量が残存していること	○	○					目視 必要に応じて補充（正しい溶液を所定貯留部に充填する）
	計量部の動作点検	計量部が正常に動作していること	○	○		□			目視 必要に応じて、洗浄、交換
	計量器の洗浄	計量部に汚れ、詰まりなどがないこと					□		
	供給部の動作確認	供給部が正常に動作していること	○	○					供給動作が異常であるとき点検
試料注入部	導入経路の点検	汚れ・漏れ等がなく、気泡が混入していないこと	○	○		□			目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部増し締めなど適切な処置を行う
	注入動作の確認	正常に動作していること	○	○		□			目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部の増し締めなど適切な処置を行う
	注入部の点検・洗浄	汚れ・漏れ等がなく、均一な量が注入されていること	○	○		□			
キャリアガス供給部	圧力・流量の確認	適正圧力・適正流量が維持されていること	○	○					目視、配管系の漏れ点検
	ポンプの音・振動確認	異常音・異常振動がないこと	○			○	□		ポンプの動作音・振動など点検。必要に応じてダイヤフラムなど部品を交換する
	配管の漏れ点検	漏れなきこと	○						目視による点検や記録紙など指示値に異常を認めたときには洗浄、交換、接続部の増し締めなど適切な処置を行う
熱分解部	燃焼温度の確認	所定温度になっていること	○						設定温度に調整されていることを、表示器で確認する
	燃焼管	ひび割れなど破損のないこと	○			□			キャリアガス流量や記録紙などの指示値に異常時に目視による点検 定期的に交換する
	触媒の劣化	劣化していないこと				□			スパン校正液の計測値を感度や繰り返し性の低下が見られたら洗浄または交換

次ページへ続く

○：点検　□：清掃、洗浄（必要に応じて部品などの交換）

保守・点検事項		内容	保守・点検周期						実施方法
対象	事　　項		始動時	日	1~2週	1~3カ月	6カ月	1年	
除湿部	動作	正常に動作していること	○	○					目視
	水封器の水位	指定水位にあること	○	○					目視
	フィルタの詰まり	詰まりのないこと	○	○					キャリアガス流量や指示値の異常時に推測する 洗浄または交換する
計測部・制御部	検出部のセル窓やセル内壁の汚れ							□	スパン校正液の計測値を感度や繰り返し性の低下にて確認 定期的に洗浄する
	制御動作	正常に動作していること	○						指示値が異常の時に点検する
	繰り返し性	所定精度内であること	○	○					スパン校正液による計測
	ゼロ校正	所定値であるこ	○	○					ゼロ校正液による計測
	スパン校正	所定値であるこ	○	○					スパン校正液による計測
オゾン分解器	触媒の劣化	劣化していないこと				□			定期的に交換
	配管の漏れ点検	漏れなきこと	○			□			目視、配管系のガス漏れ点検 定期的に交換
指示記録部	記録紙	次回点検時までの記録紙が残っていること	○	○		□			目視、点検
	インク、リボン	次回点検時までの必要量が残っていること	○	○					目視、補充または交換する
	記録動作	記録状態が良好であること	○	○					目視
		記録送りが良好であること	○	○					目視

注(1)　「始動時」とは据え付け後、初めて稼動させるときや、停止後再稼働させるときのことである。

(2)　保守・点検の事項、周期、実施方法等は機種や試料の性状等により異なるため、当該機種の取扱説明書によるほか、適宜頻度を上げるなど試料の性状に適した方法によって行う必要がある。

(5) 故障対策

故障は、日常の保守・点検時に発見される場合が多い。特に計測指示の異常や動作が異常等、目視による異常発見が故障対策の第一歩となる。

計測器の故障の際には、計測原理や各部の機構を熟知した上で処置することが大切である。使用者が処理できる範囲でのトラブルと処置法を表 3-12 に示す。ここに示されていないトラブルについては、装置の取扱説明書の故障対策を参照し、状況に応じて製造業者又は修理業者に連絡し処置することが望ましい。

表 3-12　全窒素自動計測器の故障対策（例）
（接触熱分解-化学発光法）

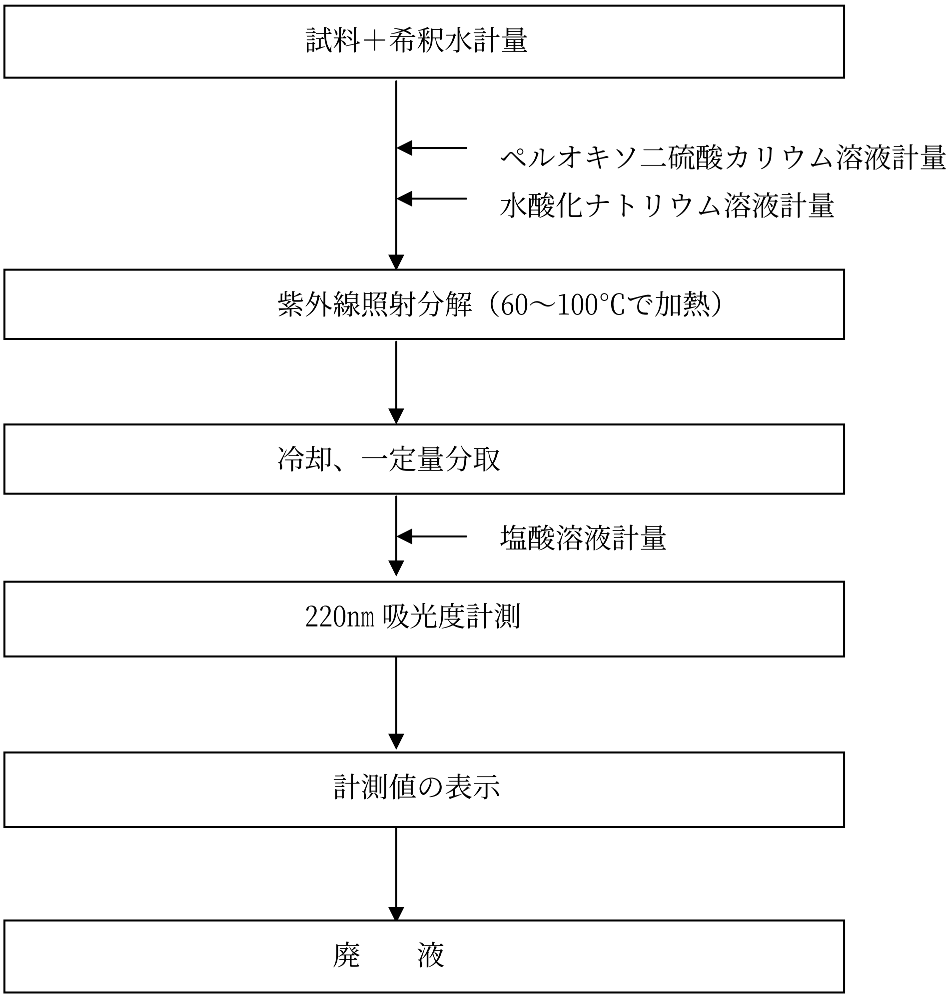
現　　象	点 検 個 所	状　　況	処　　置
全く動作しない	供給電源	通電されていない	電源を投入する
	ヒューズ又は遮断器	ヒューズが切れている 遮断器が落ちている	原因を調べ復旧後通電する。コネクタ端子等の緩み、脱落がないか調べる
	コネクタ、 端子接続部	接触不良	配線を確実に行う。ねじの緩みは締める
指示値のばらつき	試料（希釈水）計量・導入部	汚れている	汚れの除去あるいは部品を交換する
		注入状態の異常	注入状態の改善
	熱分解部	触媒の劣化	触媒の交換あるいは触媒の再生
		燃焼温度が低い	燃焼温度の適正化
	化学発光検出部	セル窓・内壁の汚れ	汚れ除去
	キャリアガス流路各部	キャリアガス流量の過不足	適正な流量に調整する
		キャリアガス流路の汚れ	汚れの除去あるいは部品の交換
		キャリアガスへの不純物（ガス）混入	キャリアガスの交換あるいはキャリアガス精製器の部品交換
指示値の低下	試料（希釈水）計量・導入部	配管系のつまり	清掃あるいは配管の交換
		漏水	配管継ぎ手の増し締め
	熱分解部	触媒の劣化	触媒の交換あるいは触媒の再生
		燃焼温度が低い	燃焼温度の適正化
		燃焼管の破損	燃焼管の交換
	化学発光検出部	セル窓・内壁の汚れ	汚れ除去
		オゾン発生器の故障	オゾン発生器の修理または交換
	キャリアガス流路各部	キャリアガス流量の不足	適正な流量に調整する
指示値の振り切り	試料（希釈水）計量・導入部	汚れている	汚れの除去あるいは部品の交換
	キャリアガス流路各部	キャリアガス流量の過不足	適正な流量に調整する
ベースラインの変動	熱分解部	燃焼管の破損	燃焼管の交換

3.4.3 全窒素自動計測器（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法（100°C以下））

(1) 計測原理

試料にペルオキソ二硫酸カリウム水溶液及び水酸化ナトリウム水溶液を加え、100°C以下の温度で紫外線を照射し、窒素化合物を硝酸イオンに分解する。分解された試料に塩酸を加えpHを2～3に調整を行った後、220nmの波長にて吸光度を計測し、試料中の全窒素濃度を計測する。

この計測方法は、指定計測法の120°C、30分加熱分解という高温高圧の分解にかえて、紫外線照射による低温・常圧分解にしたのが特長である。計測動作例を図3-9に示す。



注１　希釈水は、窒素化合物を含まない処理された水を使用すること。
注２　廃液は、装置の取扱説明書に記載された方法等で適切に処理すること。

図 3-9　全窒素自動計測器の計測動作（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法）

(2) 構成例

計測器は試薬貯蔵部、試料（希釈水）・試薬計量部、集合管、紫外線分解部、吸光度計測部、洗浄機構部、制御部、指示・記録・外部入出力部で構成される。

装置構成例を図3-10に示す。

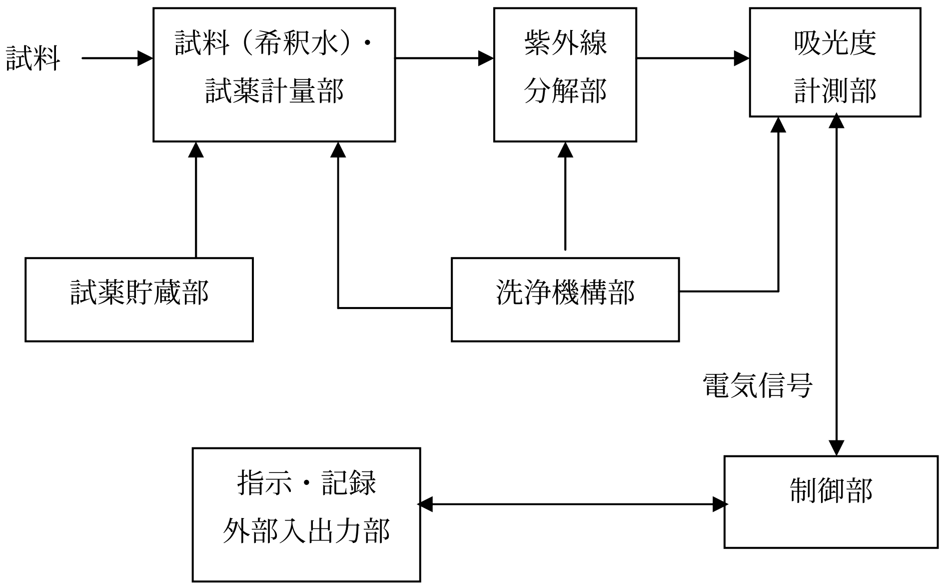


図3-10　全窒素自動計測器の装置構成（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法）

①試薬貯蔵部

試薬貯蔵部は、ペルオキソ二硫酸カリウム溶液、水酸化ナトリウム溶液、及び塩酸溶液を、2 週間以上運転可能な量が貯蔵できる貯槽で構成されている。

②試料(希釈水)・試薬計量部

試料(希釈水)・試薬計量部は、試料（希釈水）や試薬を正確に計量し、所定の部分に送液される機能をもち、試料計量器、希釈水計量器、ペルオキソ二硫酸カリウム溶液計量器、水酸化ナトリウム溶液計量器、及び塩酸溶液計量器で構成されている。

計量された試薬を試料に添加し、エアーバブリング方式で撹拌し混合する。

③紫外線分解部

紫外線分解部は、UV ランプ、ヒータ、及び分解容器より構成されている。試料は 100°C以下の温度で、紫外線を照射することにより試料中の窒素成分が酸化分解される。

紫外線分解器で分解した試料を冷却し、塩酸溶液を加えて pH 調整を行い、沈降物質を下に沈降させ、その上澄みを吸光光度計測部に供給する。

④吸光度計測部

吸光度計測部は、光源ランプ、吸収セル、干渉フィルタ（220nm）及び検出器より構成されている。紫外線分解器で分解され、pH 調整された試料の 220nm の吸光度を計測する部分である。

⑤制御部

制御部は、各機能部の制御、各センサ信号の処理及び計測値の演算等を行う部分である。

⑥表示・記録・外部入出力部

表示・記録部は、計測工程や制御信号等の表示器及び計測値を記録する記録器より構成される。また、外部入出力部は、入力接点信号、出力接点信号及び計測値出力信号を外部に出すための部分である。

⑦洗浄機構部

洗浄機構部は、洗浄水槽、洗浄弁等から構成されており、各部の洗浄を行う部分である。

(3) 仕様

仕様例を表 3-13 に示す。

表 3-13 仕様（例）

項　目	仕　様
計測原理	アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法
分解方法	紫外線照射分解法（60～100℃）
検出方法	紫外吸光光度法(測定波長 220nm)
計測範囲	0～2mgN／L から 0～1000mgN／L（高濃度は自動希釈を含む）等
計測時間	１計測 30 分又は１時間
繰返し性	最大目盛値の±3%以内又は±5%以内（希釈の場合）
試薬貯蔵量	2 週間以上計測可能な量
その他	共通事項は表 3-6 のとおり

(4) 維持管理

計測器を良好な状態で使用し、正しい指示値を維持するためには、日常の適切な保守点検が大切である。日常の保守点検の事項、周期、実施方法等は試料の性状、設置場所、配管等によって異なるため、計測器ごとに決めることが重要である。日常の保守点検手順（例）を図 3-11 に、保守点検表（例）を表 3-14 に示す。

稼働状況の確認

↓ 警報ランプ、記録値及び故障印字を確認し、必要に応じて異常個所を点検し修復する。また、漏水等を点検し必要に応じて修理する

各部の洗浄等

↓ 試料計量器・試薬計量器・紫外線分解反応槽・冷却反応槽・吸収セル・配管等を点検し、必要に応じて洗浄する

試薬の調製等

↓ ペルオキソ二硫酸カリウム溶液・水酸化ナトリウム溶液・塩酸溶液の残量を点検し、必要に応じて調製する。試薬は、調製の都度入れ替えること

計量器等の動作確認

↓ 試料計量器・試薬計量器の計量動作確認、紫外線分解器の温度確認、冷却反応槽・吸収セルの動作点検を行い、必要に応じて修復する

計測器の調整

↓ 試薬交換毎にゼロ校正・スパン校正を行う
計測は、２回以上行う

記録部の確認

↓ 記録紙の残量を点検し、必要に応じて交換する

保守点検の終了

図 3-11　 保守・点検手順（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法）

表 3-14　全窒素自動計測器の保守・点検表(例)

（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法）

○：点検　□：清掃、洗浄（必要に応じて部品などの交換）

保守・点検事項		内容	保守・点検周期						実施方法
対象	事項		始動時	日	1~2週	1~3カ月	6カ月	1年	
試料採取部	採水、排水経路の点検	各部の詰まり及び漏れ等がなく、定常的に試料水が流れていること	○	○			□		目視 チューブは定期的に交換する
	試料計量器の点検	計量器が正常に動作していること。内面に汚れがないこと	○		○		□		目視 定期的にブラシ等で洗浄する
	希釈・洗浄水の点検	希釈・洗浄水が正常に供給されていること	○	○			□		目視 水質は電気伝導度で確認する
	希釈・洗浄水計量器の点検	計量器が正常に動作していること。内面に汚れがないこと	○		○		□		目視 定期的にブラシ等で洗浄する
	各配管の点検	配管及び継手に液漏れ、汚れ、詰まりがないこと	○		○			□	目視 ピンチバルブチューブは定期的に交換する
試薬部	試薬残量の点検	所定の残量があること	○		○				目視
	試薬の交換	正確な濃度の試薬を交換する	○		○				原則的に全量交換する
	試薬計量器の点検	計量器が正常に動作していること 詰まり及び漏れ等がないこと	○			○		□	目視 計量器の定期交換部品を交換する（ポンプダイヤフラム等）
分解部	紫外線分解器の動作点検	紫外線ランプ及び加熱用ヒータが正常に動作していること	○			○		□	目視又はテスタで電圧を測定する 定期交換部品を交換する
	反応管の点検	反応管の内部に汚れや劣化がないこと	○				○	□	目視 反応管は定期的に交換する
	沈殿管の点検	沈殿管が正常に動作していること。内面に汚れがないこと	○		○			□	目視 定期的にブラシ等で洗浄する
吸光度計測部	吸光光度計の点検	ゼロ校正液で測定する	○		○				計測値を確認する
	セルの洗浄	セルの内面に汚れがないこと	○					○	計測値が異常の時に点検する
	光源の点検	キセノンランプが正常に点灯していること	○				○		目視及びテスタで確認する ランプは定期的に交換する
	ゼロ校正	ゼロ校正値が所定の値であること	○		○				ゼロ校正液で計測及び調整する
	スパン校正	スパン校正値が所定の値であること	○		○				スパン校正液で計測及び調整する
制御部	シーケンス動作の点検	所定のタイムチャートにそって正常に動作すること	○				○		目視 計測値が異常の時に点検する
	動作及び警報ランプ等の点検	動作中ランプが点灯していること 警報ランプが点灯していないこと	○	○					目視
指示・記録部	記録紙の残量点検	次回の点検時まで記録紙の残量があること	○		○	□			目視 記録紙は定期的に交換する
	記録動作の点検	記録状態が良好であること	○		○				目視
	記録値の点検	エラー印字等がないこと 計測記録値に異常がないこと	○	○					目視 計測値に異常がある時は計器を点検する

注 (1) 「始動時」とは据付け後、初めて稼動させるときや、停止後再稼働させるときのことである。
(2) 保守・点検の事項、周期、実施方法等は機種や試料の性状等により異なるため、当該機種の取扱説明書によるほか、適宜頻度を上げるなど試料の性状に適した方法によって行う必要がある。

(5) 故障対策

故障は、日常の保守・点検時に発見される場合が多い。特に計測値の異常や動作が異常等、日常の目視による異常発見が故障対策の第一歩となる。

計測器の故障の際には、計測原理や各部の機構を熟知した上で処置することが大切である。使用者が処理できる範囲でのトラブルと処置法を表 3-15 に示す。ここに示されていないトラブルについては、装置の取扱説明書の故障対策を参照し、状況に応じて製造業者又は修理業者に連絡し処置することが望ましい。

表 3-15　全窒素自動計測器の故障対策（例）

（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線分解-紫外吸光光度法）

現　　象	点検個所	状　況	処　置
全く動作しない	供給電源	通電されていない	電源を供給する。
	ヒューズ又は遮断器	ヒューズが切れている 遮断器が落ちている	ヒューズ断の場合は原因を調査、修復後、通電する
	給配線又はケーブル	断線	取扱説明書により点検し、修理を行う
	コネクタ、端子接続部	誤配線・端子ねじのゆるみ	配線の接続を確実にする ねじのゆるみは増し締めする
計測値が異常 （振り切れる） （ばらつく） （高い） （低い）	試料（希釈水）計量部	ピンチバルブのリーク	点検、清掃を行い、修復しない場合はチューブを交換する
		計量されない	エアー用電磁弁・ポンプの点検、清掃を行う。また、パッキング類・継ぎ手類の漏れを点検する
		計量容量が異なる	容量調整用チューブの挿入位置を点検する
	試薬計量部	計量されない	試薬ポンプの動作を点検する。必要に応じて分解洗浄する
		計量容量が異なる	容量調整用チューブの挿入位置を点検する
		計量値がばらつく	電磁弁・エアー用電磁弁のリークを点検し、必要に応じて交換する
	加熱分解部	温度が上がらない	ヒータを点検し、必要に応じて交換する
		ＵＶランプが点灯しない	UVランプを点検し、必要に応じて交換する
	冷却沈殿部	試料が入らない	電磁弁・エアー用電磁弁のリーク及びエアーポンプ動作を点検し、必要に応じて交換する
		塩酸溶液が入らない	試薬ポンプの動作を点検し、必要に応じて分解清掃又は交換する
	吸光度計測部	セル窓・セル内部の汚れ	セル部を点検し、必要に応じて分解洗浄する
		セルの洗浄・排水不良	電磁弁・エアーポンプ動作を点検 配管の閉塞を点検、交換する
		光源不良	光源電圧等を点検し、必要に応じて交換する
	洗浄機構部	校正不良	ゼロ・スパン校正をやり直す。場合によっては、校正液も調製し直す
		洗浄水が入らない	電磁弁を点検し、必要に応じて交換する
		排水しない	電磁弁・エアー用電磁弁・エアーポンプを点検する
	試薬貯蔵部	洗浄水が漏れる	電磁弁を点検し、必要に応じて交換する

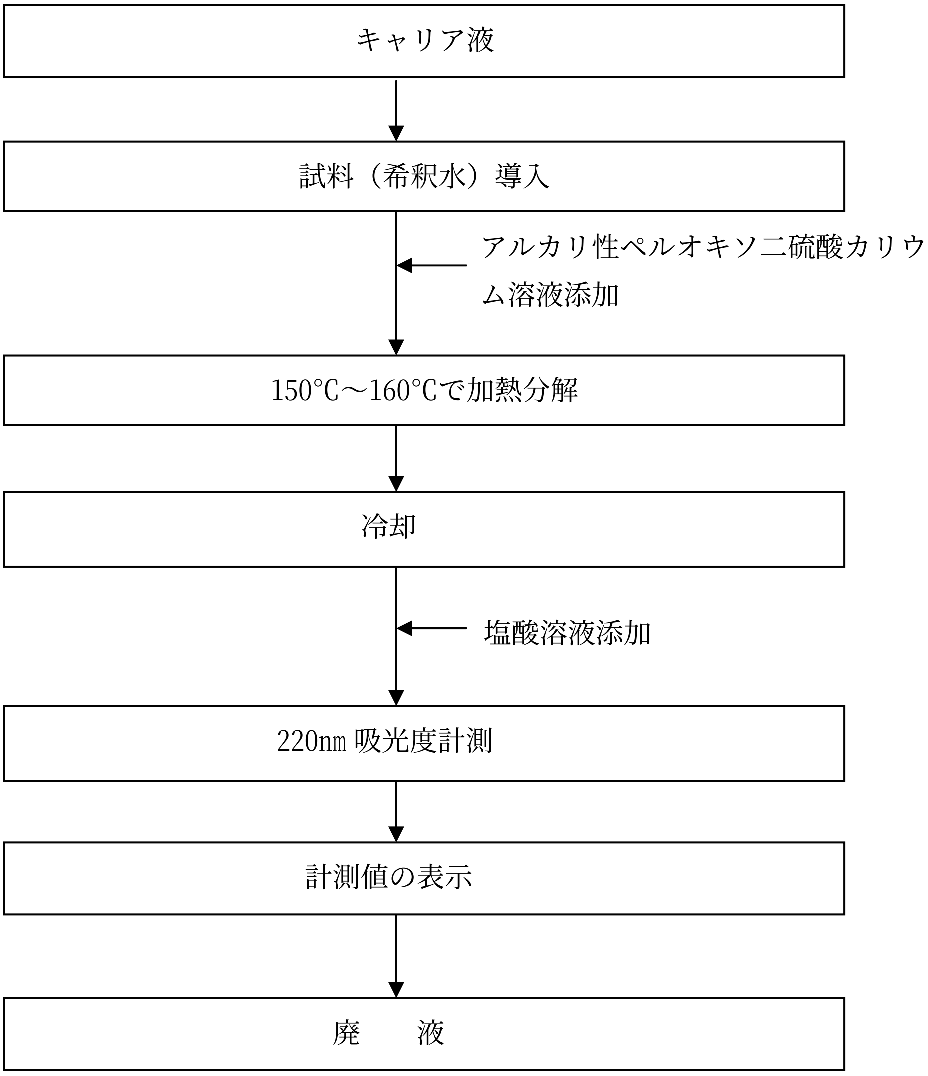
3.4.4 全窒素自動計測器（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA-紫外吸光光度法（150～160℃））

(1) 計測原理

本計測器は、ペルオキソ二硫酸カリウム分解法と紫外吸光光度法をフローインジェクション法（Flow Injection Analysis 以下 FIA 法）に応用したものである。FIA 法とは、キャリア液中に試料を注入して検出器まで搬送し、その間に流れ自体を加熱したり、試薬を加えることにより対象物質を分解、発色等させ、検出、定量する手段である。

本計測器は、キャリア液中に導入された試料にアルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム溶液を加え、150～160℃の加熱コイル中で加熱分解を行い、窒素化合物を硝酸イオンに分解する。この溶液を冷却し、塩酸溶液を添加し pH の調整を行った後、220nm の波長の吸光度を求め、試料の全窒素濃度を計測する。

本計測器では指定計測法の 120℃、30 分間の加熱分解を 150～160℃の反応コイルに置き換え、分解時間を大幅に短縮したことが特長である。計測動作例を図 3-12 に示す。



注１　希釈水は、窒素化合物を含まない処理された水を使用すること。

注２　廃液は、装置の取扱説明書に記載された方法等で適切に処理すること。

図 3-12　全窒素自動計測器の計測動作（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA-紫外吸光光度法）

(2) 構成

計測器は試薬貯蔵部、試薬ポンプ、試料計量部、加熱分解部、吸光度計測部、制御部、指示・記録部、外部入出力部、及び架台部で構成される。装置構成例を図 3-13 に示す。

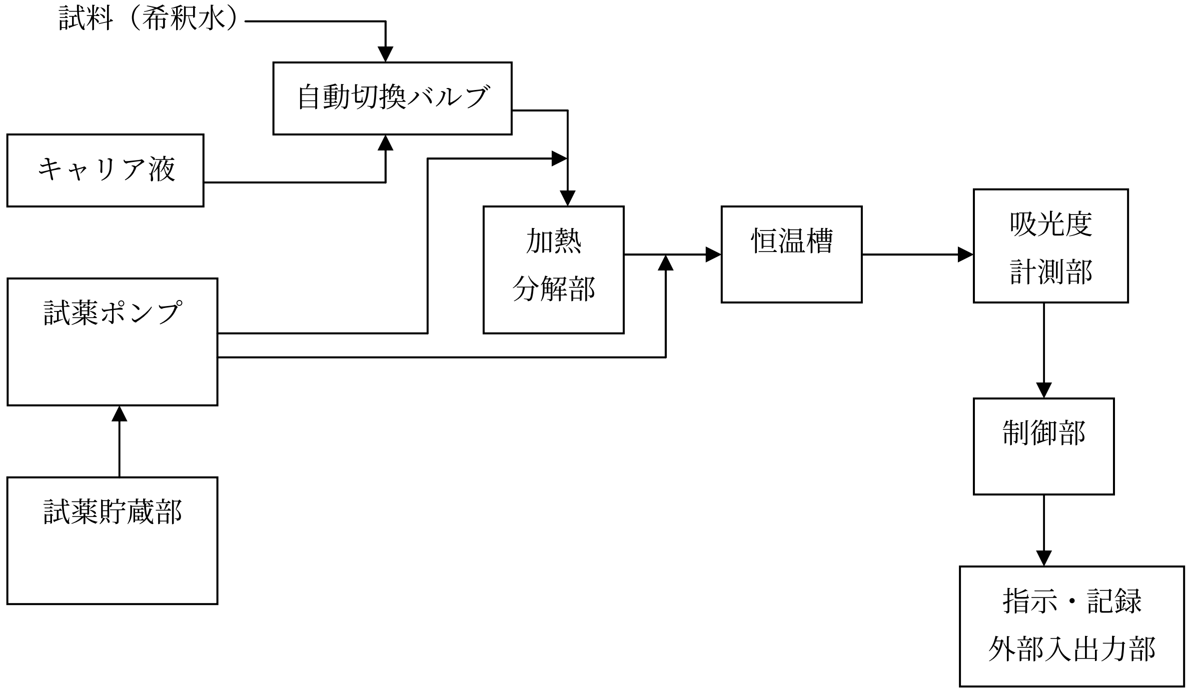


図 3-13　　全窒素自動計測器の装置構成（例）
(アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA-紫外吸光光度法)

①試薬貯蔵部

試薬貯蔵部は、キャリア液、アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム溶液及び塩酸溶液を２週間以上運転可能な量が貯蔵できる貯槽で構成されている。

②試薬ポンプ

試薬ポンプは、試薬貯槽の試薬を所定の流量で送液する機能をもっている。一般的には流量が正確でかつ高圧に耐えられる、プランジャー式ポンプが用いられている。

③試料計量部

試料計量部は、試料を所定量計量して、試料をキャリア流の中へ導く機能をもっている。

④加熱分解部

加熱分解部は、加熱コイル、ヒータで構成されており、試料中の窒素化合物を高温の流れの中で酸化分解する機能をもっている。

⑤吸光度計測部

吸光度計測部は、塩酸の添加により pH 調整された試料の 220nm における吸光度を計測する部分である。

⑥制御部

制御部は、計測器の制御等を行い、計測値の演算機能及び制御機能をもっている。

⑦表示・記録・外部入出力部

表示・記録部は、計測工程や制御信号等の表示器及び計測値を記録する記録器より構成される。また、外部入出力部は、入力接点信号、出力接点信号及び計測値出力信号を外部に出すための部分である。

(3) 仕様

仕様例を表 3-16 に示す。

表 3-16 仕様(例)

項　目	仕　様
計測原理	アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA-紫外吸光光度法
分解方法	FIA 加熱・加圧分解法（150℃～160℃）
検出方法	紫外吸光光度法（測定波長 220nm）
計測範囲	0～2mgN／L から 0～200mgN／L （希釈有りの場合は 2000mgN／L まで可能）
計測時間	1 計測 15 分
繰返し性	最大目盛値の±3%以内
試薬貯蔵量	2 週間以上計測可能な量
その他	共通事項は表 3-6 のとおり

(4) 維持管理

計測器を良好な状態で使用し、正しい指示値を維持するためには、日常の適切な保守点検が大切である。日常の保守点検の事項、周期、実施方法等は試料の性状、設置場所、配管等によって異なるため、計測器ごとに決めることが重要である。日常の保守点検手順（例）を図 3-14 に、保守点検表（例）を表 3-17 に示す。

稼働状況の確認

警報ランプ、記録値及び故障印字を確認し、必要に応じて異常個所を点検し修復する
漏水等を点検し必要に応じて修理する

各部の洗浄等

試料計量器・試薬計量器・加熱分解槽・冷却反応槽・吸収セル・配管等を点検し、必要に応じて洗浄する

試薬の調製等

ペルオキソ二硫酸カリウム溶液・水酸化ナトリウム溶液・塩酸溶液の残量を点検し、必要に応じて調製する。試薬は、調製の都度入れ替えること

計量器等の動作確認

試料ポンプ・試薬ポンプの動作確認、加熱分解器の温度確認、恒温槽・吸収セルの動作点検を行い、必要に応じて修復する

計測器の調整

試薬交換毎にゼロ校正・スパン校正を行う
計測は、２回以上行う

記録部の確認

記録紙の残量を点検し、必要に応じて交換する

保守・点検の終了

図 3-14　保守・点検手順（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA-紫外吸光光度法）

表 3-17　全窒素自動計測器の保守・点検表（例）

（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA-紫外吸光光度法）

○：点検　　□：清掃、洗浄（必要に応じて部品などの交換）

保守・点検事項		内容	保守・点検周期						実施方法
対象	事項		始動時	日	1~2週	1~3カ月	6カ月	1年	
試料採取部	採水、排水経路の点検	各部の詰まり及び漏れ等がなく、定常的に試料水が流れていること	○	○					目視 チューブは定期的に交換する
	試料調整槽の点検	定常的にオーバーフローしていること	○	○	□				目視 定期的にブラシ等で洗浄する
	試料計量器の動作点検	バルブが正常に動作していること	○		○				目視
	摺動部の交換	定期的に交換すること						□	保守マニュアルに従う
試薬部	試薬の残量点検	所定の残量があること			○				目視
	試薬の補充	正確な濃度の試薬を交換する	○		○				原則的に全量交換する
	試薬径路の点検	チューブの汚れ、亀裂がないこと				○			目視
	試薬ポンプ漏れ点検	ヘッド部から漏れのないこと			○			□	目視
	試薬ポンプ圧力点検	ポンプ始動時圧力を確認する	○		○			□	目視
分解部	加熱分解槽の点検	漏れのないこと				○		□	目視
	加熱分解槽接続部の点検	漏れのないこと			○				目視
	ヒータ電圧の点検	動作時に規定電圧が印加されること					○		テスタで確認
	ヒータ断線の確認	断線のないこと					○		テスタで確認
	温度検出器断線の確認	断線のないこと					○		テスタで確認
	検出器温度設定の確認	所定温度になっていること			○				表示器等で確認
吸光度計測部	吸収セル漏れ、詰まりの確認	各部の詰まり及び漏れがないこと					○		目視
	光源ランプの点検	ベースラインの確認					○		目視
	光源ランプの交換	定期的に交換すること						□	保守マニュアルに従う
	ゼロ校正	ゼロ校正値が所定の値であること	○		○				ゼロ校正液で計測及び調整する
	スパン校正	スパン校正値が所定の値であること	○		○				スパン校正液で計測及び調整する
制御部	シーケンス動作の点検	所定のタイムチャートにそって正常に動作すること	○				○		目視 計測値が異常の時に点検する
	動作及び警報ランプ等の点検	動作中ランプが点灯していること 警報ランプが点灯していないこと	○	○					目視
指示・記録部	記録紙の残量点検	次回の点検時まで記録紙の残量があること	○		○	□			目視 記録紙は定期的に交換する
	記録動作の点検	記録状態が良好であること	○		○				目視
	記録値の点検	エラー印字等がないこと 計測記録値に異常がないこと	○	○					目視、計測値に異常がある時は点検する

注 (1) 「始動時」とは据付け後、初めて稼動させるときや、停止後再稼働させるときのことである。
　(2) 保守・点検の事項、周期、実施方法等は機種や試料の性状等により異なるため、当該機種の取扱説明書によるほか、適宜頻度を上げるなど試料の性状に適した方法によって行う必要がある。

(5) 故障対策

故障は、日常の保守・点検時に発見される場合が多い。特に計測値の異常や動作が異常等、日常の目視による異常発見が故障対策の第一歩となる。

計測器の故障の際には、計測原理や各部の機構を熟知した上で処置することが大切である。使用者が処理できる範囲でのトラブルと処置法を表 3-18 に示す。ここに示されていないトラブルについては、装置の取扱説明書の故障対策を参照し、状況に応じて製造業者又は修理業者に連絡し処置することが望ましい。

表 3-18　全窒素自動計測器の故障対策（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム分解・FIA -紫外吸光光度法）

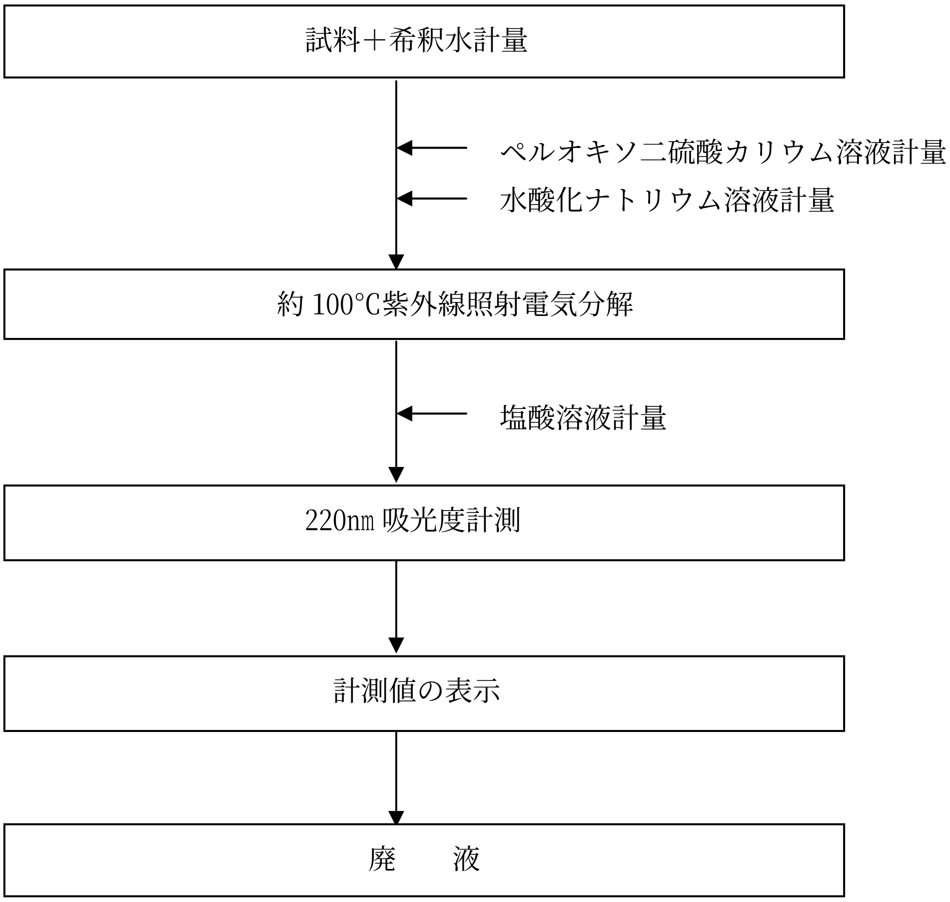
現　　象	点 検 個 所	状　　況	処　　置
全く動作しない	供給電源	通電されていない	電源を供給する
	ヒューズ又は遮断器	ヒューズが切れている 遮断器が落ちている	ヒューズ断の場合は原因を調査、修復後、通電する
	給配線又はケーブルの断線	断線	取扱説明書により点検し、修理を行う
	コネクタ、端子接続部	誤配線・端子ねじのゆるみ	配線の接続を確実にする。ねじのゆるみは締め直す
計測値が異常 （振り切れる） （高い） （低い）	試料（希釈水）計量・導入部	汚れている	点検、清掃を行い、修復しない場合は部品を交換する
		注入状態の異常	注入状態の改善
	試薬計量部	計量値がばらつく	電磁弁・エアー用電磁弁のリークを点検し、必要に応じて交換する
	加熱分解部	温度が上がらない	ヒータを点検し、必要に応じて交換する
	発色反応部	所定の温度にならない	ヒータ、制御系を点検し、必要に応じて修理を行う
	吸光度計測部	セル窓・セル内部の汚れ	セル部を点検し、必要に応じて分解洗浄する
		光源不良	光源電圧等を点検し、必要に応じて交換する
		校正不良	ゼロ・スパン校正をやり直す。場合によっては、校正液も調製し直す
	洗浄機構部	洗浄水が入らない	電磁弁を点検し、必要に応じて交換する
		排水しない	電磁弁・エアー用電磁弁・エアーポンプを点検する
		洗浄水が漏れる	電磁弁を点検し、必要に応じて交換する
	試薬貯蔵部	試薬が不足している	試薬を補充する

3.4.5 全窒素自動計測器（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法（100℃以下））

(1) 計測原理

試料にペルオキソ二硫酸カリウム溶液及び水酸化ナトリウム溶液を加え、100℃以下の温度で紫外線を照射しながら、電気分解を行い窒素化合物を硝酸イオンに分解する。分解された試料に塩酸溶液を加え pH 調整した後、220nm の波長にて吸光度を求め、試料の全窒素濃度を計測する。

この計測方法は、指定計測法の120℃　30分加熱分解という高温高圧の分解にかえて、紫外線照射による低温・常圧分解にしたのが特長である。計測動作例を図3-15に示す。



注１　希釈水は、窒素化合物を含まない処理された水を使用すること。

注２　廃液は、装置の取扱説明書に記載された方法等で適切に処理すること。

図 3-15　全窒素自動計測器の計測動作（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法）

(2) 構成

計測器は試薬貯蔵部、試料（希釈水）・試薬計量部、紫外線照射電気分解部、冷却反応部、吸光度計測部、洗浄機構部、制御部及び指示・記録・外部入出力部で構成される。装置構成例を図 3-16 に示す。

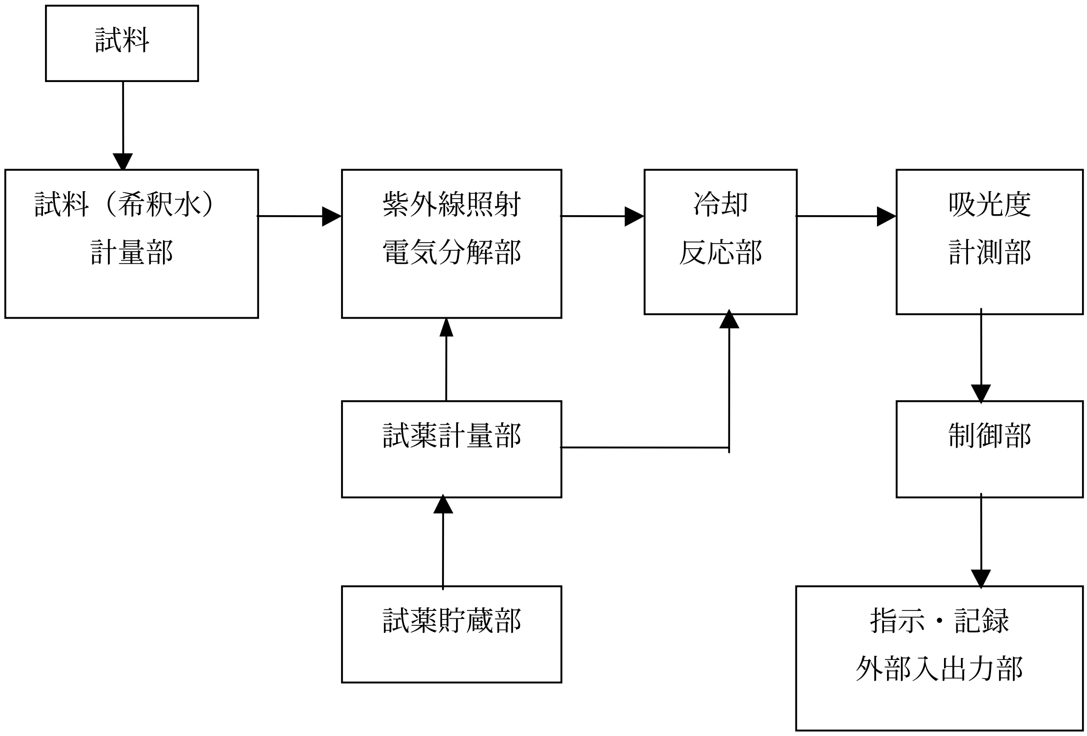


図 3-16　全窒素自動計測器の装置構成（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法）

①試薬貯蔵部

試薬貯蔵部は、ペルオキソ二硫酸カリウム溶液、水酸化ナトリウム溶液及び塩酸溶液を、２週間以上運転可能な量が貯蔵できる貯槽で構成されている。

②試料(希釈水)・試薬計量部

試料(希釈水)・試薬計量部は、試料（希釈水）や試薬を正確に計量し、所定の部分に送液される機能をもち、試料計量器、希釈水計量器、ペルオキソ二硫酸カリウム溶液計量器、水酸化ナトリウム溶液計量器及び塩酸溶液計量器で構成されている。

③紫外線照射電気分解部

紫外線照射電気分解部は、UV ランプ、ヒータ及び分解容器より構成されている。内部温度は 100℃以下に制御され、紫外線を照射し、電気分解を併用することにより試料中の窒素成分が酸化分解される。

④冷却反応部

冷却反応部は、紫外線照射電気分解部で分解した試料を冷却すると共に、塩酸溶液を加え pH 調整を行い、計測部に供給する部分である。

⑤吸光度計測部

吸光度計測部は、光源ランプ、吸収セル、干渉フィルタ（220nm）及び検出器より構成されている。紫外線照射電気分解部で分解され、pH 調整された試料の220nm の吸光度を計測する部分である。

⑥制御部

制御部は、各機能部の制御、各センサ信号の処理及び計測値の演算等を行う部分である。

⑦表示・記録・外部入出力部

表示・記録部は、計測工程や制御信号等の表示器及び計測値を記録する記録器より構成される。また、外部入出力部は、入力接点信号、出力接点信号及び計測値出力信号を外部に出すための部分である。

⑧洗浄機構部

洗浄機構部は、減圧弁、洗浄弁等から構成されており、各部の洗浄を行う部分である。

(3) 仕様

仕様（例）を表 3-19 に示す。

表 3-19　仕様（例）

項　目	仕　様
計測原理	アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法
分解方法	紫外線照射電気分解法(約 100℃)
検出方法	紫外吸光光度法(測定波長 220nm)
計測範囲	0～2mgN／L から 0～200mgN／L
計測時間	１計測　１時間
繰返し性	最大目盛値の±3%以内、又は±5%以内（希釈の場合）
試薬貯蔵量	2 週間以上計測可能な量
その他	共通事項は表 3-6 のとおり

(4) 維持管理

計測器を良好な状態で使用し、正しい指示値を維持するためには、日常の適切な保守点検が大切である。日常の保守点検の事項、周期、実施方法等は試料の性状、設置場所、配管等によって異なるため、計測器ごとに決めることが重要である。日常の保守点検手順（例）を図 3-17 に、保守点検表（例）を表 3-20 に示す。

稼働状況の確認

↓ 警報ランプ、記録値及び故障印字を確認し、必要に応じて異常個所を点検し修復する
漏水等を点検し必要に応じて修理する

各部の洗浄等

↓ 試料計量器・試薬計量器・加熱分解槽・冷却反応槽・吸収セル・配管等を点検し、必要に応じて洗浄する

試薬の調製等

↓ ペルオキソ二硫酸カリウム溶液・水酸化ナトリウム溶液・塩酸溶液の残量を点検し、必要に応じて調製する。試薬は、調製の都度入れ替えること

計量器等の動作確認

↓ 試料計量器・試薬計量器の計量動作確認、加熱分解槽の温度確認、冷却反応槽・吸収セルの動作点検を行い、必要に応じて修復する

計測器の調整

↓ 試薬交換毎にゼロ校正・スパン校正を行う
計測は、２回以上行う

記録部の確認

↓ 記録紙の残量を点検し、必要に応じて交換する

保守点検の終了

図 3-17　保守・点検手順（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法）

表 3-20　全窒素自動計測器の保守・点検表（例）

（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法）

○：点検　　□：清掃、洗浄（必要に応じて部品などの交換）

保守・点検事項		内　容	保守・点検周期						実施方法
対象	事　項		始動時	毎日	1~2週	1~3カ月	6カ月	1年	
試料採水部	採水、排水経路の点検	各部の詰まり及び漏れ等がなく、定常的に流れていること	○	○			□		目視、チューブは定期的に交換する
	計量器の動作点検	計量器が正常に動作していること	○		○			□	目視、定期交換部品の交換
	計量器の洗浄	計量器の内面に汚れがないこと			○				目視、洗浄する
試薬部	試薬の残量点検	所定の残量があること			○				目視
	試薬の補充	正確な濃度の試薬を所定の槽に充填する	○		○				原則的に継ぎ足ししない
	計量器の動作点検	計量器が正常に動作していること	○		○			□	目視、定期交換部品の交換
	計量器の洗浄	計量器の内面が汚れがないこと				○			目視
分解部	分解器の動作点検	分解器が正常に動作していること	○			○		□	目視、定期交換部品の交換
	分解器の洗浄	分解器の内面が汚れていないこと				○			目視
	UVランプの点検	UVランプが点灯すること	○			○			目視
	ヒータの電圧の点検	ヒータに規定の電圧がかかっていること				○			テスタで電圧を測定する
	ヒータの断線の確認	ヒータが断線していないこと				○		□	テスタで抵抗を測定する
	電解電極の点検	電解電極が作動していること				○		□	
	冷却管の動作点検	冷却管が正常に動作していること	○		○			□	目視、定期交換部品の交換
	冷却管の洗浄	冷却管の内面が汚れがないこと				○			目視
配管部	チューブの点検	チューブに汚れ、きれがないこと			○	□	□		目視、チューブは定期的に交換する。きれつが入っている時は直ちに交換する
	ピンチバルブの点検	ピンチバルブが正常に動作しチューブの閉塞又はきれつがないこと	○		○			□	目視、装置を始動させた時は必ずチューブの閉塞のないことを確認する
	エアーポンプの点検	正常に動作すること				○		□	目視、必要に応じ交換する
吸光度計測部	シーケンス動作の点検	指定のタイムチャートにそって正常に動作すること	○				○		目視、指定のタイムチャートにそって正常に動作すること
	光学計の動作点検	ゼロ校正液で測定する				○			計測値を確認する
	セルの洗浄	セルの内面に汚れがないこと				○			目視、塩酸溶液で洗浄する
	Xeランプの点検	Xeランプが点灯していること				○			目視
	ゼロ校正	ゼロ点がずれていないこと	○		○				ゼロ校正液で計測を行う
	スパン校正	スパンがずれていないこと	○		○				スパン校正液で計測を行う
指示・記録部	運転及び警報ランプ等の点検	運転中ランプが点灯していること 警報ランプが点灯していないこと	○	○					目視、異常のある時は計器を点検する
	チャート送り	チャート送りが円滑であること	○						取扱説明書による
	記録値の点検	エラー印字等のないこと 計測異常値のないこと	○	○					目視、異常のある時は点検する
	記録紙の交換	残量の確認	○		○	□			取扱説明書による

注(1)「始動時」とは据え付け後、始めて稼動させるときや停止後再稼働させるときのことである。

(2) 保守・点検の事項、周期、実施方法等は機種や試料の性状等により異なるため、当該機種の取扱説明書によるほか、適宜頻度を上げるなど試料の性状に適した方法によって行う必要がある。

(5) 故障対策

故障は、日常の保守点検時に発見される場合が多い。特に計測値の異常や動作が異常等、日常の目視による異常発見が故障対策の第一歩となる。

計測器の故障の際には、計測原理や各部の機構を熟知した上で処置することが大切である。使用者が処理できる範囲でのトラブルと処置法を表 3-21 に示す。ここに示されていないトラブルについては、装置の取扱説明書の故障対策を参照し、状況に応じて製造業者又は修理業者に連絡し処置することが望ましい。

表 3-21 全窒素自動計測器の故障対策（例）
（アルカリ性ペルオキソ二硫酸カリウム紫外線電気分解-紫外吸光光度法）

現　　象	点 検 個 所	状　況	処　置
全く動作しない	供給電源	通電されていない	電源を供給する
	ヒューズ又は遮断器	ヒューズが切れている 遮断器が落ちている	ヒューズ断の場合は原因を調査、修復後、通電する
	給配線又はケーブルの断線	断線	取扱説明書により点検し、修理を行う
	コネクタ、端子接続部	誤配線・端子ねじのゆるみ	配線の接続を確実にする ねじのゆるみは締め直す
計測値が異常 （振り切れる） （ばらつく） （高い） （低い）	試料（希釈水）計量部	ピンチバルブのリーク	点検、清掃を行い、修復しない場合はチューブを交換する
		計量されない	エアー用電磁弁・ポンプの点検、清掃を行う また、パッキング類・継ぎ手類の漏れを点検する
		計量容量が異なる	容量調整用チューブの挿入位置を点検する
	試薬計量部	計量されない	試薬ポンプの動作を点検する。場合によっては、分解洗浄する
		計量容量が異なる	容量調整用チューブの挿入位置を点検する
		計量値がばらつく	電磁弁・エアー用電磁弁のリークを点検し、必要に応じて交換する
	加熱分解部	温度が上がらない	ヒータを点検し、必要に応じて交換する
		電解していない	電解電極を点検し、必要に応じて交換する
		ＵＶランプが点灯しない	ＵＶランプを点検し、必要に応じて交換する
	冷却反応部	冷却しない	冷却水の流入経路を点検する
		分解液が入らない	電磁弁・エアー用電磁弁のリークエアーポンプ動作を点検し、必要に応じて交換する
	吸光度計測部	セル窓・セル内部の汚れ	セル部を点検し、必要に応じて分解洗浄する
		光源不良	光源電圧等を点検し、必要に応じて交換する
		校正不良	ゼロ・スパン校正をやり直す。場合によっては、校正液も調製し直す
	洗浄機構部	洗浄水が入らない	電磁弁を点検し、必要に応じて交換する
		排水しない	電磁弁・エアー用電磁弁・エアーポンプを点検する
		洗浄水が漏れる	電磁弁を点検し、必要に応じて交換する
	試薬貯蔵部	試薬が不足している	試薬を補充する

3.4.6 全窒素自動計測器の主な故障例とトラブル事例

全窒素自動計測器の主な故障例と、計測値への影響を、表 3-22 に示す。

表 3-22　全窒素自動計測器の主な故障例

<table>
<tr><th>構成部</th><th>故障例</th><th>TN 計測値への影響例</th></tr>
<tr><td rowspan="2">試料計量部</td><td>試料計量不良</td><td>TN 計測値低下（ゼロ）</td></tr>
<tr><td>希釈水計量不良</td><td>TN 計測値上昇（振り切れ）</td></tr>
<tr><td rowspan="7">酸化分解部</td><td>加熱温度の低下</td><td rowspan="2">酸化力不足→試料の TN は負誤差になるが、ペルオキソ二硫酸カリウム自体の分解が不足となり、紫外吸収が増加→TN 計測値は上昇（振り切れ）</td></tr>
<tr><td>UV ランプの光量低下</td></tr>
<tr><td>ペルオキソ二硫酸カリウム溶液の注入不良</td><td rowspan="3">試料の酸化力不足→TN 計測値低下</td></tr>
<tr><td>ペルオキソ二硫酸カリウム溶液の劣化</td></tr>
<tr><td>水酸化ナトリウム溶液の注入不良</td></tr>
<tr><td>試薬の不純物</td><td>ゼロ校正値（吸光度）の上昇
TN 計測値の上昇</td></tr>
<tr><td>反応セル内部の汚れ</td><td>不純物の残留→TN 計測値の変動</td></tr>
<tr><td rowspan="5">吸光度計測部</td><td>測定光源の光量低下</td><td>許容範囲を超えるまではTN計測値への影響は少ないが、許容範囲を超えると、TN 計測値不安定</td></tr>
<tr><td>光学フィルタの劣化</td><td>ゼロ校正値（吸光度）の変動、TN 計測値不安定</td></tr>
<tr><td>塩酸の注入不良、濃度不良（低）</td><td>pH 調整不良→TN 計測値上昇（振り切れ）</td></tr>
<tr><td>吸収測定セルの汚れ</td><td>ゼロ校正値（吸光度）の上昇
TN 計測値の上昇</td></tr>
<tr><td>純水水質の劣化</td><td>ゼロ校正値（吸光度）が変動
TN 計測値の上昇又は変動</td></tr>
<tr><td rowspan="2">接触熱分解部</td><td>燃焼酸化用触媒の汚れ、劣化</td><td rowspan="2">試料の燃焼効率不足→TN 計測値低下</td></tr>
<tr><td>燃焼管の破損</td></tr>
<tr><td rowspan="3">化学発光検出部</td><td>セル窓の汚れ</td><td rowspan="3">TN 計測値低下</td></tr>
<tr><td>オゾン発生器の劣化、故障</td></tr>
<tr><td>キャリアガス流量の低下</td></tr>
</table>

事業場において実際に発生したトラブルの事例を示す。

事例1	TN 計測値が手分析と合致しない
現象	管理基準試験（実試料）の分析を外部の分析機関へ委託している 手分析との誤差が許容値内に入らないケースが頻発した（計測値＞分析値）
原因	自動計測器による計測は試料採取直後に行ったが、分析機関で約１週間室温で保存後に分析が行われていた 試料中に存在する細菌の代謝により、窒素濃度が変化したためであった
解決策	１．分析は試料採取後、速やかに行う ２．やむを得ず試料を保存する場合は冷蔵保存し試料の変質を予防する

事例2	TN 計測値が手分析と合致しない
現象	実試料の管理基準試験を実施した際、手分析との誤差が許容値を満足しない結果となった（計測値＜分析値）
原因	試験の手順を確認した結果、オフライン測定時に計測器の自動洗浄機能をオフにしなかったため、洗浄水（純水）が試料ボトルに逆流して試料が希釈されていた
解決策	計測器に試料計量ラインの自動洗浄機能がある場合は、計測器の取扱説明書に従って、オフライン測定時には洗浄機能をオフに切り替える

事例3	TN 計測値が変動する
現象	試料の採取部から TN 計への試料導入配管内に汚れが付着して流量が低下するため、定期的に薬液洗浄を行っている 試料導入ラインを洗浄した後しばらく TN 計測値が変動し徐々に回復するという現象があった。計測器を点検しても異常はなかった
原因	試料導入ラインの薬液洗浄に過酸化水素水が使われていた 過酸化水素水は紫外吸収があるため、中間槽で洗浄液が置換するまでの間、TN 計測値が影響を受ける現象となっていた
解決策	計測器へ導入するまでの導入配管の洗浄時に薬液を使用するときは、TN オンライン計測を中断し、試料が十分に置換された後、計測を再開するようにした

事例4	試薬交換後に TN 計測値が振り切れた
現象	窒素の通常測定濃度は 2mg/L 付近で安定している 計測器の試薬交換後に計測を再開した直後から数時間に渡り、TN 計測値が振り切れた。その後何もせずに通常濃度へ低下した 計測値が振り切れた際の排水を手分析したが、排水に異常はなかった
原因	試薬交換時の試薬置換操作を行なわずに計測を再開したため、塩酸が注入されなかった TN 計の吸光度測定時に塩酸が注入されないと、pH調整ができずに吸光光度測定時の吸光度が高くなったためである
解決策	試薬交換作業後の操作は、計測器の取扱説明書に従って確実に行う 作業者が代わっても操作の手順に間違いが生じないように、試薬交換作業手順を計測器に備え付けた

事例 5	TN 校正エラーの発生
現象	紫外線酸化分解法の TN 計で、2 週間に 1 回定期的に自動校正をかけている 校正値の変化を定期的に管理しているが、TN ゼロ校正値（吸光度）が徐々に高くなり、やがて TN ゼロ校正エラーが発生して校正できなくなった 試薬や純水の水質を疑い点検したが、異常はなかった
原因	UV ランプの劣化による紫外線酸化分解効率の低下 酸化剤（ペルオキソ二硫酸カリウム）の分解が十分に行われず、試薬の未分解影響で紫外吸光度が上昇し、ゼロ校正値の許容範囲を超えた UV ランプはメーカーの推奨交換周期が 1 年となっていたが、約 2 年間交換していなかった
解決策	1.消耗部品はメーカーの推奨交換周期を参考に定期部品交換を行い、予防保全を図る 2.TN ゼロ、スパン校正値（吸光度）の変動を定期的に管理することで、維持管理の頻度をある程度予測できる

事例 6	純水精製装置出口の閉塞
現象	TNP 計への純水を市販の純水精製装置から供給している 定期的に純水装置のイオン交換樹脂を交換しているが、交換して 1 週間も経たないのに TNP 計の純水断警報が頻発し、計測器が自動停止して欠測となった 計測器を点検しても異常がなかった
原因	純水装置内部を点検した結果、樹脂流出防止用のフィルターがヌメリで閉塞状態になっていた フィルターの点検まではしていなかった
解決策	純水装置のイオン交換樹脂の定期交換時に、純水装置内部のフィルターの点検をあわせて行うことで予防できる 純水は滅菌作用がないため微生物の繁殖に注意が必要である

事例 7	純水精製装置が設置直後に劣化した
現象	TNP 計及び純水精製装置の設置工事を完了し、試運転調整を実施した直後に純水水質が不良となった
原因	純水精製装置に供給する水道水ラインの配管が古く、最近使用されていなかったため、配管内の鉄さびなどが初期通水時に一度に純水精製装置に流入し、短期にイオン交換樹脂を劣化させたためであった
解決策	純水精製装置は、初期通水を行う前に、供給水の導入配管をパージして配管内を清浄にした後、純水精製装置へ接続するよう試運転時に注意が必要である

事例 8	試料導入配管の閉塞
現象	TNP 計を設置するにあたり、既設の COD 計の場所には設置できないため、試料の採取点から約 100m の配管を経由して TNP 計へ試料を導入した ところが、稼動し始めると TNP 計の試料水断警報が頻発した
原因	TNP 計までの試料導入配管長が長く、途中で直角コーナーもあり、配管内にＳＳが付着して、流量が低下していた
解決策	1.試料の採取点からの配管径を太くする 2.90°コーナーは内壁の洗浄ができるようにプラグを敷設する 3.採水ポンプの流量を増やし、配管内の流速を上げて SS 堆積を予防する などの配管工事の改良を行って解決した

（参考）純水精製装置の取扱いに係る注意事項

TN 計へ供給する純水に、純水精製装置を組み合わせている場合は、以下の注意が必要である。

(1) 純水の水質が劣化すると、TN 計測値に影響がでる。

(2) 定期的に水質の点検を行い、純水精製装置の予防保全を行う。

(3) 水質点検方法例

・電気伝導率を測定して点検する。

・自動計測器のゼロ校正値の変動を確認して点検する。

・純水を定期的に採取して分光光度計による紫外吸光度を測定して点検する。

※注意点

・有機物がリークした場合は、電気伝導率に反映しない場合があるので注意が必要である。

(4) 純水精製装置への供給水の水質条件により寿命が大きく異なる。

純水精製装置メーカーの取扱説明書及び運用実績から適切な予防保全周期を設定する。

※注意点

・供給水が水道水以外の井水や工業用水を使用する場合は、イオン交換樹脂の寿命が短くなる場合がある。軟水器を通すなどの対策が望ましい。

(5) TN 計の機種により純水の使用量が異なるため、各計測器メーカーの取扱説明書に記載されている純水消費量と、純水精製装置メーカーの取扱説明書に記載されている負荷寿命特性から、予防保全的な交換周期の設定が大切である。

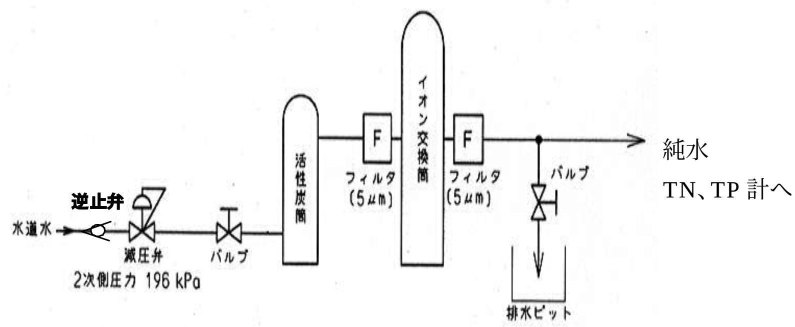
(6) 水道源へ直接接続する場合は水道法の工事規定に従って施工を行う。

※注意点

・供給圧力が高い場合は減圧弁を設ける。圧力が高いとイオン交換樹脂の劣化を早める場合がある。

(7) 設置後の初期通水時は、供給水の導入配管を十分パージしてから純水精製装置へ接続する。供給水配管内の汚れが一時的に入ることで、短期に純水精製装置が劣化する場合がある。

(8) 純水精製装置で精製された後の純水は滅菌効果がなくなるので、純水タンクは定期的に点検を行う。藻などの有機物の生成が見られた場合はタンクを洗浄する。また長期間計測器を停止した場合は、再稼動時に純水精製装置のたまり水を流しきり、純水タンクを置換させることが望ましい。



純水精製装置の設置例

3.5 全窒素指定計測法

3.5.1 指定計測法の種類

全窒素の指定計測法は、昭和49年環境庁告示第64号に基づき「日本工業規格 JIS K 0102［工場排水試験方法］」の45のうち総和法と紫外吸光光度法が指定されている。

(1) 紫外吸光光度法

試料にペルオキソ二硫酸カリウムのアルカリ性溶液を加え、高圧蒸気滅菌器中で約 120℃に加熱して窒素化合物を硝酸イオンに変えるとともに有機物を分解する。この溶液のpHを2～3とした後、硝酸イオンによる波長220nmの吸光度を測定して、全窒素の濃度を算出する。この方法は、有機物が分解されやすく、少量であり、また、試験に影響する量の臭化物イオン、クロム等を含まない場合に適用する。

(2) 総和法

試料中の亜硝酸態窒素及び硝酸態窒素とアンモニア態窒素及び有機態窒素を別々に定量し、合計する方法である。

試料に水酸化ナトリウムを加えて蒸留を行い、アンモニウムイオン及び一部の有機窒素化合物の分解で生じたアンモニアを除いた後、デバルダ合金を加えて亜硝酸イオン及び硝酸イオンを還元してアンモニアとし、蒸留によって分離し、インドフェノール青吸光光度法で窒素の量を定量する。別に、試料に硫酸銅、硫酸カリウム、硫酸を加えて加熱分解して有機態窒素をアンモニウムイオンに変えた後、アルカリ性として蒸留し、試料中に含まれるアンモニウムイオンとともに蒸留分離し、インドフェノール青吸光光度法によってその窒素を定量する。先に求めた亜硝酸イオン、硝酸イオン相当の窒素量とを合わせて、全窒素の濃度を算出する。

3.5.2 紫外吸光光度法

(1) 装置及び器具類等

①高圧蒸気滅菌器

JIS T 7322又はJIS T 7324に規定するもので、約120℃に加熱できるものを用いる。

②分解瓶

耐圧の四ふっ化エチレン樹脂瓶又は耐熱、耐圧のガラス瓶で高圧蒸気滅菌器中（120℃）で使用できるものを用いる。容量は100mLのものを使用する。使用時に十分な密閉性が保たれるようにパッキングに汚染、損傷のないものを使用する。なお、ガラス製のものは繰り返し使用中にアルカリによって侵されるため、著しく侵されたものは使用しない。

③光度計

220nm が測定できる分光光度計を使用する。吸収セルは、石英ガラス製を使用すること。吸収セルの光を通過する面の汚れに特に注意する。指を触れることにより著しい誤差を生じることがある。

(2) 試薬

①水:JIS K 0557 に規定するＡ３の水。

イオン交換装置・精密ろ過装置等で精製した水を用い、最終工程で蒸留法によって精製したもの。又は、これと同等の質が得られる方法で精製した水を用いる。

試薬の調製、空試験等に用いるすべての水は窒素化合物を含んではならない。イオン交換樹脂を用いて得た水は、そのままでは樹脂から溶出した含窒素有機物を含むおそれがあるので使用できない。特に、窒素量の低い試料の測定では、その影響が大きく注意を要する。

②塩酸（1＋16）:JIS K 8180 に規定する塩酸を用いて調製する。

③塩酸（1＋500）:JIS K 8180 に規定する塩酸を用いて調製する。

④水酸化ナトリウム-ペルオキソ二硫酸カリウム溶液:JIS K 8826 に規定する水酸化ナトリウム（窒素測定用）20g を水 500mL に加えた後、JIS K 8253 に規定するペルオキソ二硫酸カリウム（窒素・りん測定用）15g を溶かす。使用時に調製する。この溶液の窒素含有量は、0.4mg／L 以下でなければならない。

上記以外の一般に市販されているペルオキソ二硫酸カリウムや水酸化ナトリウムは、その製造方法から少量の窒素化合物を含んでいるので使用しない。

⑤窒素標準液（0.1mgN／mL）:JIS K 8548 に規定する硝酸カリウムをあらかじめ 105～110℃で約 3 時間加熱し、デシケータ中で放冷する。その 0.722g をとり、少量の水に溶かし、全量フラスコ 1000mL に移し入れ、水を標線まで加える。0～10℃の暗所に保存する。

⑥窒素標準液（20μgN／mL）:窒素標準液（0.1mgN／mL）50mL を全量フラスコ 250mL にとり、水を標線まで加える。使用時に調製する。

(3) 試験操作

図 3-18 に紫外吸光光度法の試験操作フローを示す。

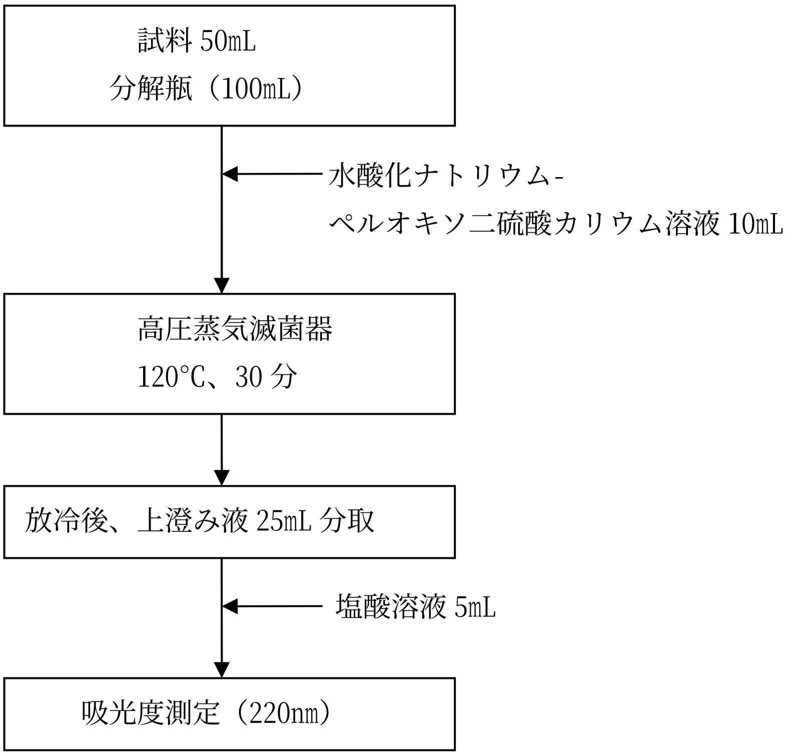


図 3-18　紫外吸光光度法の試験操作フロー

a)試料 50mL を分解瓶にとる。

注：試料 50mL 中の全窒素が 0.1mg 以上の場合には、試料の適量を全量フラスコ 100mL にとり、水を標線まで加えたものを用いる。ただし、試料 50mL 中の全窒素が、0.1mg 以上で pH が 5～9 の範囲にない場合には試料の適量をとり、中和した後に水を標線まで加えたものを用いる。

試料が微生物等の作用で変質し、測定値が変化することがあるため、試験は、試料採取後、直ちに行った方がよい。やむを得ず保存する場合は、0～10℃の暗所に置く。

b)水酸化ナトリウム-ペルオキソ二硫酸カリウム溶液 10mL を加え、直ちに密栓して混合する。

注：ペルオキソ二硫酸カリウムの添加量は、0.3g となるが、酸化できる有機物の量はそれほど多くない。有機物の多い試料の場合は、希釈してから分解操作をする。また、過度に添加すると空試験値が高くなるため、正確に添加する。

c)高圧蒸気滅菌器に入れて加熱し、約120°Cに達してから30分間加熱分解する。

d)分解瓶を高圧蒸気滅菌器から取り出し、放冷する。

e)上澄み液25mLをビーカ50mLに分取する。

注：水酸化物の沈殿を含まないように注意する。必要に応じ、孔径1μm以下のガラス繊維ろ紙を用いてろ過し、初めのろ液5～10mLを捨てた後のろ液を用いる。

f)塩酸（1＋16）5mLを加えて溶液のpHを2～3に調節する。

注：硝酸イオンの吸収は、広範囲のpHで同一であるが、pHが高いと炭酸イオン等による吸収があるため注意を要する。

g)溶液の一部を吸収セルに移し、波長220nmの吸光度を測定する。

注1：臭化物イオンは、220nmに吸収をもち妨害する。海水は、約70mg／Lの臭化物イオンを含んでおり、従って、この方法は海水には適用しにくい。
ペルオキソ二硫酸カリウムは、220nm に吸収をもつが、加熱分解され影響しない。

注2：試料中の窒素濃度が低く、0.4mgN／L未満の場合には、光路長50mmの吸収セルを用いる。なお、この場合、検量線の作成には、5 倍に薄めて調製した窒素標準液（4μgN／L）を用いる。

h)空試験として水50mLを分解瓶にとり、b)～g)の操作を行って、吸光度を測定し、試料について得た吸光度を補正する。

i)検量線からe)で分取した溶液中の全窒素の量を求め、次の式によって試料中の全窒素の濃度（mgN／L）を算出する。

N＝a×（60／25）×（1000／50）

ここに、N:全窒素濃度（mgN／L）

a:e)で分取した溶液25mL中の全窒素（mg）

［検量線］　窒素標準液（20μgN／mL）1～10mLを段階的に全量フラスコ100mLにとり、水を標線まで加える。その25mLをそれぞれビーカ50mLにとり、塩酸（1＋500）5mLを加えた後、一部を吸収セルに移し、波長220nmの吸光度を測定する。別に、空試験として水25mLをビーカ50mLにとり、塩酸（1＋500）5mLを加えた後、波長220nmの吸光度を求め、窒素標準液について得た吸光度を補正する。採取した25mL中の窒素の量と吸光度の関係線を作成する。

a)の操作で、試料の適量を分取した場合は、次の式によって試料中の全窒素の濃度（mgN／L）を算出する。

N＝a×（60／25）×（1000／50）×（100／V）

ここに、N:全窒素濃度（mgN／L）

a:e)で分取した溶液25mL中の全窒素（mg）

V:試料（mL）

3.5.3 総和法

詳細は、JIS K 0102 を参照。